



UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID
ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

**MONTAJE EXPERIMENTAL,
ACONDICIONAMIENTO Y CALIBRACIÓN
DE UNA CÁMARA DE VACÍO PARA ESTUDIOS
DE EMISIÓN
DE ELECTRONES SECUNDARIOS.**

TRABAJO FIN DE GRADO

GRADO EN INGENIERÍA ELECTRÓNICA INDUSTRIAL Y AUTOMÁTICA

AUTOR: JUAN FRANCISCO LOMBARDO VIDAL

TUTOR: MARIA ANGUSTIAS AUGER MARTINEZ

DIRECTOR: MIGUEL TARDÍO LÓPEZ



Trabajo Fin de Grado

Juan Francisco Lombardo Vidal



Agradecimientos:

A mis tutores, Marian y Miguel, por toda la ayuda su recibida, encontrando tiempo de donde no lo había para atenderme y por su infinita paciencia conmigo.

A Mohammed por ayudarme con el pulido del porta muestras.

A mi familia por el apoyo incondicional en los buenos y malos momentos.

A mi compañeros de piso, Álvaro, Rodrigo y Eva, por aguantarme durante todo este tiempo.

A mis amigos, por hacerme más llevadera esta etapa de mi vida y permitirme “olvidarme” por un rato de los problemas de la universidad.

A Mónica Abad por ayudarme con el formato y por su apoyo para terminar esta memoria.



Índice

1. Introducción y Objetivos.	16
2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.....	19
2.1. Coeficiente de Emisión Secundaria (SEY).	20
2.2. Emisión Secundaria en materiales metálicos y aislantes.	23
2.2.1. Emisión Secundaria en Metales.	24
2.2.1.1. Emisión Secundaria y función de trabajo de los materiales.	25
2.2.1.2. Emisión secundaria y orientación cristalográfica.	27
2.2.1.3. Emisión Secundaria y estado (mecánico y electrónico) de la superficie.....	28
2.2.2. Emisión secundaria en Aislantes.	31
2.3. Procedimiento para el cálculo de SEY.....	32
2.3.1. Teoría semi-empírica para el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria. Curva de Emisión Universal.....	33
2.4. Método experimental para el cálculo del coeficiente Emisión Secundaria. ...	37
3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.	40
3.1. Pre-cámara de vacío.	40
3.2. Cañón de Electrones ELG-2B-5352.	42
3.2.1. Descripción y Parámetros.	44
3.2.1.1. Cátodo.	45
3.2.1.2. Wehnelt o Grid.	47
3.2.1.3. Ánodo (G-2).	49
3.2.1.4. Focus.....	50
3.2.1.5. Lentes de Zoom.	52
3.2.1.6. Deflexión.	54
3.2.1.7. Parámetros específicos de operación.	54
3.2.2. Modos de funcionamiento: barrido de energía y Focus; mínimo Spot.....	54
3.2.3. Montaje del cañón en la pre-cámara de vacío.....	56
3.3. Sistema de Vacío.	56
3.3.1. Elementos que componen el sistema de bombeo. Rangos de Presión.	57
3.3.1.1. Bomba rotatoria de paletas Varian SH-110.....	59
3.3.1.2. Bomba turbomolecular V-70 969-9358.....	60



3.3.1.3.	Bomba iónica Vacion Plus 500.	62
3.3.2.	Métodos de medida de presión. Calidad de vacío.	64
3.3.2.1.	972B Dual Mag.	65
3.3.2.2.	Sensor de cátodo caliente Bayard-Alpert.....	67
3.3.2.3.	Cuadrupolo Hiden Analytical IDP-300N.....	67
3.3.3.	Sistema de UHV (Ultra-High-Vacuum).	71
3.3.3.1.	Descripción del Sistema UHV usado.....	72
3.4.	Instrumentación y control del cañón de electrones.....	75
3.4.1.	Instrumento de medida de Corriente Continua. Requerimientos básicos de una medida.	76
3.4.2.	Picoamperímetro Keithley 6487.....	77
3.4.3.	Comunicación por medio de la interfaz GPIB.....	80
3.4.4.	Tarjeta DAQ. PCI-6024E.....	81
3.4.5.	Fuente de alimentación del cañón de electrones “EGPS-2B-670”.....	83
3.5.	Descripción y funcionamiento del sistema automatizado para la medida de SEY.	89
3.5.1.	Software usado para la automatización del sistema en LabVIEW.	93
3.5.1.1.	Introducción.	93
3.5.1.2.	Descripción de la aplicación.	95
3.5.1.2.1.	Barrido de Energía con mínimo Spot.	96
3.5.1.2.2.	Barrido de Energía con Focus constante.....	101
3.5.1.2.3.	Barrido de Focus con Energía constante.....	102
4.	Mejoras añadidas a la aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.	105
4.1.	Mejoras añadidas al programa.	105
4.1.1.	Control de los parámetros Alta y Baja Energía y Alto y Bajo Focus.	105
4.1.2.	Depuración de los polinomios de ajuste para el barrido de Energía con Spot mínimo.	107
4.2.	Diseño y montaje del porta muestras.	111
4.3.	Estudio de los gases componentes del vacío residual.....	112
4.4.	Experimentos de medida del SEY.	114
4.4.1.	Procedimiento de limpieza y acondicionamiento de las muestras introducidas en la pre-cámara de vacío.	115



4.4.2.	Medidas en función de los voltajes de G-1 y G-2.....	115
4.4.3.	Medidas en función de los dos posibles ajustes de mínimo Spot.....	126
4.4.4.	Medidas en función de la distancia muestra-cañón.	128
4.4.5.	Medidas en función de los voltajes de polarización.	130
4.4.6.	Parámetros elegidos para la configuración del cañón y de la medida del SEY.	132
5.	Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.	133
5.1.	Medidas de SEY.....	133
5.1.1.	Metales nobles de alta pureza: Platino.....	137
5.1.2.	Medidas en Aceros.	140
5.1.3.	Semiconductores: Silicios.....	143
5.1.4.	Medidas en el Porta muestras.	147
5.2.	Análisis y discusión de los resultados.	154
6.	Resumen y Líneas Futuras.....	158
7.	Bibliografía.	161

Índice de Figuras.

Apartado 2.

Fig 2. 1. Representación de las corrientes que componen de la Emisión Secundaria de Electrones.	20
Fig 2. 2. Medida del espectro de energía $\partial\delta/\partial E$ para una muestra de acero inoxidable a una energía $E_0=300$ eV del haz incidente con un ángulo de incidencia normal a la superficie.	22
Fig 2. 3. Coeficiente de Emisión Secundaria de acero inoxidable tipo 304 en función de la energía del haz incidente.	23
Fig 2. 4. Curvas de coeficientes de emisión secundaria de distintos materiales: a) aluminio, b) carbón, c) platino, d) silicio. [1]	24
Fig 2. 5. Coeficiente máximo de Emisión Secundaria (δ_m) en función de la función de trabajo (ϕ). [3]	26
Fig 2. 6. Coeficiente máximo emisión secundaria (δ_m) en función de la densidad.[3]	27
Fig 2. 7. Coeficiente de Emisión Secundaria de una muestra de Ni: (a) monocristalino, con el haz de electrones perpendicular a la orientación [100], (b) policristalino. [3]	28
Fig 2. 8. Incidencia de un haz de electrones en una superficie: a) contaminada con partículas en su superficie o con alta rugosidad; b) baja rugosidad.....	29
Fig 2. 9. (I) SEY de una muestra de hollín. (II) SEY de una muestra de carbón pulido. [3]	30
Fig 2. 10. Curva típica de SEY en función de la energía de los electrones primarios o del haz incidente (E_p). [4]	33
Fig 2. 11. Valor normalizado del coeficiente Emisión Secundaria $\delta_c\delta_m$ de varios metales en función de E_pE_m . [4]	35
Fig 2. 12. Comparación de las primeras energías de cruce reales de cada material con las estimaciones realizadas por Dionne (puntos rellenos) y por el ajuste de la Gaussiana (puntos abiertos). [4]	37
Fig 2. 13. Esquemático del sistema usado para la medición del SEY en una muestra.	39

Apartado 3.

Fig 3. 1. Cámara de vacío (con énfasis) en la cara superior.	41
Fig 3. 2. Cámara de vacío (con énfasis) en la cara inferior.....	42
Fig 3. 3. Imagen del cañón de electrones Kimball ELG-2B-5352.	43
Fig 3. 4. Diagrama de bloques del cañón de electrones ELG-2B-5352.	44
Fig 3. 5. Emisión de electrones respecto a la temperatura del cátodo.	46
Fig 3. 6. Emisión de electrones en función del voltaje del ánodo.	47
Fig 3. 7. Corriente emitida en función de G-1 para dos valores distintos de energía.....	48
Fig 3. 8. Corriente emitida del haz de electrones en función de G-1 para diferentes valores de G-2.....	49
Fig 3. 9. Corriente de emisión y del haz en función de voltaje aplicado en G-2.	50
Fig 3. 10. Relación entre el tamaño del Spot del haz emitido en función del voltaje de Focus para una energía dada.	51
Fig 3. 11. Voltaje de Focus necesario para la obtención del mínimo Spot posible en función de la Energía del haz de electrones emitido.	52
Fig 3. 12. Perfil de energía del haz de electrones mientras este atraviesa el cañón: ejemplos a y b.....	53
Fig 3. 13. Voltaje de Focus en función de la Energía para la obtención del mínimo spot.	55
Fig 3. 14. Montaje del cañón de electrones junto con el trasladador en la pre-cámara de vacío.	56
Fig 3. 15. Rangos de presión de trabajo de distintos tipos de bombas.	57
Fig 3. 16. Imagen de la bomba rotatoria de paletas Varian SH-110.	60
Fig 3. 17. Esquema de la bomba turbomolecular V-70 969-9358.	61
Fig 3. 18. Controlador Varian Turbo-V 81-AG y bomba turbomolecular V-70 969-9358.	62
Fig 3. 19. Bomba iónica Vacion Plus 500.....	64
Fig 3. 20. Esquema de un sensor Pirani.	65
Fig 3. 21. Esquema de funcionamiento de un Inverted Magnetron.	66
Fig 3. 22. Controlador de vacío MKS PDR 900-1 y sensor 972 Dual Mag.	66
Fig 3. 23. Esquema de un sensor Bayard-Alpert.....	67
Fig 3. 24. Esquema del espectrómetro de masas.	68
Fig 3. 25. Esquema de la sonda IDP.....	69
Fig 3. 26. Cabeza RF y sonda IDP conectada a la cámara.	69
Fig 3. 27. Valores en el espectrómetro de masas de los gases más importantes.	70
Fig 3. 28. Gráfica del tiempo de formación de una monocapa en función de la presión.	72
Fig 3. 29. Disposición de los componentes alrededor de la cámara de vacío (I). 4) Barra trasladadora de muestras, 5) Inverted Magnetron, 8) Manipulador del porta muestras, 11) Válvula de guillotina, 12) Bayard-Alpert, 13) Conexión con bomba turbomolecular.	73
Fig 3. 30. Disposición de los componentes alrededor de la cámara de vacío (II). 1) Pre-cámara de vacío, 2) cañón de electrones, 3) Sensor 972B DualMag, 5) Inverted Magnetron, 6) entrada cañón de iones, 7) válvula para introducción de nitrógeno, 11) Válvula de guillotina, 13) Conexión con bomba turbomolecular.	73

Fig 3. 31. Disposición de los componentes alrededor de la cámara de vacío (III). 7) válvula para introducción de nitrógeno, 8) Manipulador del porta muestras, 9) salida coaxial, 10) Pasamuros	74
Fig 3. 32. Sistema simplificado de un sistema de medida.	76
Fig 3. 33. Límites teóricos en la medida de tensión.	77
Fig 3. 34. Panel delantero del picoamperímetro Keithley 6487.	78
Fig 3. 35. Panel trasero del picoamperímetro Keithley 6487.	79
Fig 3. 36. Tarjeta GPIB-USB-HS.	80
Fig 3. 37. Tarjeta de adquisición de datos PCI-6024E.	82
Fig 3. 38. Placa de conexión CB-68LP.	82
Fig 3. 39. Cable R6868 Ribbon I/O.	82
Fig 3. 40. Asignación de pines de la tarjeta PCI-6024E con la placa CB-68LP.	83
Fig 3. 41. Cañón de electrones ELG-2B-5352 con la fuente de alimentación EGPS-2B-670.	84
Fig 3. 42. Panel frontal de la fuente de alimentación EGPS-2B-670.	85
Fig 3. 43. Panel trasero de la fuente de alimentación EGPS-2B-670. Compuesto de cuatro módulos; de izquierda a derecha; módulo de conexión con el cañón de electrones, módulo central superior de acceso a la circuitería interior, módulo central inferior con conectores de acceso para el control remoto de la fuente y módulo derecho de potencia o alimentación de la fuente.	86
Fig 3. 44. Esquema de las conexiones realizadas entre el cañón de electrones ELG-2B-5352 y la fuente de alimentación EGPS-2B-670.	87
Fig 3. 45. Esquemático de los controles para el manejo remoto de las fuentes de la fuente de alimentación EGPS-2B-670.	88
Fig 3. 46. Conexiones con el Panel trasero de la fuente de alimentación EGPS-2B-670, para la automatización del control de Energía y del Focus.	89
Fig 3. 47. Esquema de conexionado del PC con los demás instrumentos realizado en el proyecto.	89
Fig 3. 48. Esquema de la placa CB-69LP con las conexiones.	91
Fig 3. 49. Conexiones con el Panel trasero de la fuente de alimentación EGPS-2B-670 con la placa de conexión CB-69LP para el control de las sub-fuentes de Energía y de Focus.	92
Fig 3. 50. Conexiones realizadas al picoamperímetro: 1. Conexión de la sonda de lectura, 2. Tarjeta GPIB-USB-HS, 3. Conexión a tierra de la fuente de polarización, 4. Conexión positiva de la fuente de polarización.	93
Fig 3. 51. Ejemplo de panel frontal.	94
Fig 3. 52. Ejemplo de diagrama de bloques.	94
Fig 3. 53. Panel Principal de la aplicación.	95
Fig 3. 54. Panel Frontal de la aplicación para el Barrido de Energía con mínimo Spot.	96
Fig 3. 55. Botón START.	97
Fig 3. 56. Botón STOP.	97
Fig 3. 57. Botón PAUSE.	97
Fig 3. 58. Panel de Selección de Barrido.	98
Fig 3. 59. Panel de control del Voltaje de la Fuente.	98
Fig 3. 60. Panel de control de la Energía Inicial.	98



<i>Fig 3. 61. Panel de control de la Energía Final.</i>	<i>98</i>
<i>Fig 3. 62. Panel de control del Incremento de Energía.</i>	<i>99</i>
<i>Fig 3. 63. Panel de control del Intervalo de Tiempo.</i>	<i>99</i>
<i>Fig 3. 64. Panel de control del tipo de ajuste.</i>	<i>99</i>
<i>Fig 3. 65. Indicador de Tiempo Total.</i>	<i>99</i>
<i>Fig 3. 66. Indicador de Tiempo Transcurrido.</i>	<i>100</i>
<i>Fig 3. 67. Indicador del Voltaje.</i>	<i>100</i>
<i>Fig 3. 68. Indicador de Energía.</i>	<i>100</i>
<i>Fig 3. 69. Indicador de Focus.</i>	<i>100</i>
<i>Fig 3. 70. Indicador de Corriente.</i>	<i>100</i>
<i>Fig 3. 71. Gráfico de la energía del haz respecto al tiempo y de la corriente que recibe el picoamperímetro respecto de la energía del haz.</i>	<i>101</i>
<i>Fig 3. 72. Panel frontal del programa de Barrido de Energía con Focus constante.</i>	<i>102</i>
<i>Fig 3. 73. Panel de control del Focus.</i>	<i>102</i>
<i>Fig 3. 74. Panel frontal del programa de Focus con Energía constante.</i>	<i>103</i>
<i>Fig 3. 75. Panel de Selección de Focus.</i>	<i>103</i>
<i>Fig 3. 76. Panel de control del Focus Inicial.</i>	<i>104</i>
<i>Fig 3. 77. Panel de control del Focus Final.</i>	<i>104</i>
<i>Fig 3. 78. Panel de control de Energía.</i>	<i>104</i>

Apartado 4.

Fig. 4. 1. Ejemplo de configuración de las señales digitales que activan el modo Low Focus y Low Energy.	107
Fig. 4. 2. Plano del porta muestras diseñado.	111
Fig. 4. 3. Cuentas por Segundo de las especies presentes en el sistema (pre-cámara y cámara) de ultra alto vacío (análisis cualitativo).	112
Fig. 4. 4. Diagrama de rosco con las concentraciones de las especies encontradas en el sistema de ultra alto vacío.	114
Fig. 4. 5. Gráficas de intensidad de la corriente en la muestra en función del Energía del haz de electrones para G-1=0V y G-2=0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).	117
Fig. 4. 6. Intensidad de la corriente en la muestra, polarizada con $V_p=40V$ (negra), sin polarizar $V_p=0V$ (roja) en función de la energía del haz de electrones para G-1=0V y G-2=0V.	118
Fig. 4. 7. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones siendo G-1 = 0V y G-2=0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).	120
Fig. 4. 8. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para G-1 = 5 V y G-2 = 0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).	121
Fig. 4. 9. Intensidad de la corriente de la muestra sin polarizar y con G-1=5V y G-2 = 0V.	122
Fig. 4. 10. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para G-1=10V y G-2= 0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).	123
Fig. 4. 11. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para G-1=15V y G-2= 0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).	124
Fig. 4. 12. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para G-1=20V y G-2= 0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).	125
Fig. 4. 13. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para los dos distintos tipos de ajustes posibles: 3D (negro) y 7D (rojo).	127
Fig. 4. 14. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para distintas distancias: 1cm (negro), 2 cm (rojo), 3cm (verde) y 4cm (azul).	129
Fig. 4. 15. Medida de la intensidad de la corriente de la muestra de Platino para distintos voltajes de polarización: 30V (negro), 40V (rojo), 50V (verde) y 60V (azul).	131

Apartado 5.

Fig 5. 1. Variación del coeficiente de Emisión Secundaria por el efecto “memoria” en una muestra de Fe-14Cr-2W-0.3Ti-0.3Y2O3: SEY de la primera medida realizada (negro), segunda medida (rojo), tercera medida (verde) y cuarta medida (azul).	135
Fig 5. 2. Variación de la respuesta del coeficiente de Emisión Secundaria por efecto de la “relajación” de la carga electrostática presente en el sistema para el porta muestras: SEY de la primera medida realizada (negro), segunda medida (rojo), tercera medida (verde) y cuarta medida: realizada un día más tarde (azul).	136
Fig 5. 3. Coeficiente de Emisión Secundaria de Electrones para una muestra de Pt en función de la energía del haz primario.	138
Fig 5. 4. Curvas del coeficiente de Emisión Secundaria: a) Platino de alta pureza, b) Platino perteneciente a la referencia [1].	139
Fig 5. 5. Coeficiente de Emisión Secundaria de Electrones de los aceros analizados: 304 (negro); Fe-14Cr-2W-0,3Ti-0,3Y2O3 (rojo); Fe-14Cr (verde); Fe-14Cr-0,3Y2O3 (Aleado mecánico + SPS) (azul); Fe-14Cr-0,3Y2O3 (Aleado mecánico + HIP + Forja) (cian).	141
Fig 5. 6. SEY del acero 304: a) obtenido en este experimento, b) obtenido usando simulaciones de MonteCarlo [3].	142
Fig 5. 7. Soporte con las dos muestras pegadas de silicio. Si(A) y Si(B) con diferente resistividad eléctrica.	143
Fig 5. 8. Coeficiente de Emisión Secundaria de los dos tipos de Silicio analizados: Si(A) (negro), Si(B) (rojo).	145
Fig 5. 9. Gráficos de análisis en el SEM del Si(A) y Si(B) y tabla con sus composiciones en peso.	146
Fig 5. 10. Imagen de la superficie pulida del soporte usando el microscopio óptico.	148
Fig 5. 11. Gráficas del SEY: soporte pulido (rojo); soporte sin pulir (negro).	149
Fig 5. 12. SEY del soporte pulido: 1ª medida: G-2 = 5V (negro); 2ª medida: G-2 = 5 V (rojo); 3ª medida: G-2 = 50V (verde); 4ª medida: G-2 = 5V (azul).	151
Fig 5. 13. SEY del soporte pulido: última medida realizada en el anterior experimento (curva azul en la figura 5.12): G-2 = 5V (negro); 1ª medida: G-2 = 5 V (rojo); 2ª medida: G-2 = 50V despues de realizar el barrido con G-2 = 50V (verde); 3ª medida: G-2 = 5V (azul).	153
Fig 5. 14. Curvas de SEY los materiales analizados: Acero 304 (negro), Platino (rojo), Si(A) (verde), Si(B) (azul), soporte sin pulir (cian) y soporte pulido (magenta).	154
Fig 5. 15. Valores normalizados del SEY de los metales más representativos analizados: Acero 304 (negro), Platino (rojo), Si(A) (verde), Si(B) (azul), soporte sin pulir (cian) y soporte pulido (magenta).	156



Índice de tablas

Apartado 2.

Tabla 2. 1. Coeficientes de emisión máxima (δm) de una lista de materiales metálicos junto con el voltaje en el que ocurren estos máximos V_p . [1].....	25
--	----

Apartado 3.

Tabla 3. 1. Tabla con las especificaciones técnicas del cañón de electrones.	44
Tabla 3. 2. Tabla con los valores recomendados por el fabricante para el cañón de electrones.	54
Tabla 3. 3. Tabla con las especificaciones técnicas de la bomba rotatoria Varian SH-110.....	59
Tabla 3. 4. Tabla con las características técnicas de la bomba turbomolecular V-70 969-9358.	61
Tabla 3. 5. Tabla de especificaciones técnicas de la bomba iónica Vacion Plus 500 con sus tres posibles configuraciones de cátodo.	63
Tabla 3. 6. Tabla con las especificaciones técnicas del cuadrupolo IDP-300N.	70
Tabla 3. 7. Especificaciones físicas de la tarjeta GPIB-USB-HS de National Instruments.	81
Tabla 3. 8. Tabla de especificaciones técnicas de la fuente de alimentación EGPS-2B-670.....	84

Apartado 4.

Tabla 4. 1. Voltaje de las entradas TTL-ENERGY y TTL-FOCUS para cada uno de los barridos.	106
Tabla 4. 2. Coeficientes de los polinomios desarrollados para realizar el cálculo del valor de Focus que obtiene el mínimo tamaño de Spot en función del rango de Energía y el tipo de ajuste.	108
Tabla 4. 3. Valores de Focus que proporciona el fabricante y los valores obtenidos realizando los ajustes por polinomios para el ajuste 3D. De izquierda a derecha: E (Energía), F (Focus proporcionado por el fabricante), Fpold (Focus ajustado con el antiguo polinomio), Fpgood (Focus ajustado con los nuevos polinomios), Err (Error cometido con el antiguo polinomio al realizar el ajuste), Errgood (Error cometido por los nuevos polinomios al realizar el ajuste), deltarr (Error relativo cometido entre el ajuste antiguo y el nuevo).	109
Tabla 4. 4. Valores de Focus que proporciona el fabricante y los valores obtenidos realizando los ajustes por polinomios para el ajuste 7D. De izquierda a derecha: E (Energía), F (Focus proporcionado por el fabricante), Fpold (Focus ajustado con el antiguo polinomio), Fpgood (Focus ajustado con los nuevos polinomios), Erp (Error cometido con el antiguo polinomio al realizar el ajuste), Erpgood (Error cometido por los nuevos polinomios al realizar el ajuste), deltapp (Error relativo cometido entre el ajuste antiguo y el nuevo).	110
Tabla 4. 5. Tabla con los porcentajes de las especies encontradas en el sistema de ultra alto vacío.	113



Tabla 4. 6. Parámetros elegidos para la calibración del cañón de electrones Kimball ELG-2B-5352.....	132
--	-----

Apartado 5.

Tabla 5. 1. Tabla de los experimentos realizados (I).	137
Tabla 5. 2. Tabla de parámetros del Platino de alta pureza usado en el laboratorio y Platino perteneciente a la referencia [1].	139
Tabla 5. 3. Características de los Aceros analizados.	140
Tabla 5. 4. Tabla de los experimentos realizados (II).	141
Tabla 5. 5. Parámetros extraídos de las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria.	141
Tabla 5. 6. Tabla de parámetros del acero 304: obtenidos en este experimento; extraídos de las simulaciones de MonteCarlo [3].	142
Tabla 5. 7. Tabla de los experimentos realizados (III).	144
Tabla 5. 8. Tabla de los parámetros obtenidos en ambos Silicios.	145
Tabla 5. 9. Tabla de los experimentos realizados (IV).	148
Tabla 5. 10. Tabla de los parámetros obtenidos en el soporte pulido y sin pulir.	150
Tabla 5. 11. Valores de Energía donde se produce el coeficiente máximo de Emisión Secundaria y valor de este para los materiales analizados.	155



Índice de Ecuaciones.

Ecuación 2. 1	21
Ecuación 2. 2	26
Ecuación 2. 3	34
Ecuación 2. 4	34
Ecuación 2. 5	34
Ecuación 2. 6	35
Ecuación 2. 7	36
Ecuación 2. 8	36
Ecuación 2. 9	37
Ecuación 2. 10	38
Ecuación 2. 11	38
Ecuación 2. 12	38



1. Introducción y Objetivos.

Este proyecto ha sido realizado en el Departamento de Física de la Universidad Carlos III de Madrid.

El proyecto ha consistido en trasladar, instalar, acondicionar y calibrar un cañón de electrones Kimball ELG-2B, en una pre-cámara de ultra alto vacío para medir la emisión de electrones secundarios en materiales sólidos. Además de mejorar la interfaz sistema-usuario incluyendo nuevas funcionalidades operativas en la aplicación para el control automatizado del cañón de electrones. La aplicación de la que partimos fue previamente desarrollada en el Departamento de Física y permite el control del cañón de electrones y la adquisición de datos para el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria. Dicha aplicación esta soportada en plataforma de programación LabVIEW de National Instruments.

Para ello hemos contado con el cañón de electrones Kimball ELG-2B, la fuente de alimentación y control del cañón Kimball EGPS-2B-670, un picoamperímetro Keithley modelo 6487, dos tarjetas de National Instruments destinadas a el control de la instrumentación y adquisición de datos, una tipo PCI modelo 6024E, y otra tipo GPIB-USB-HS, un PC, una placa de conexión CB-68LP y un sistema de ultra alto vacío constituido por: a) por tres bombas de vacío: rotatoria modelo Varian SH-110, turbomolecular modelo V-70 969-9358 e iónica modelo Vacion Plus 500, b) una pre-cámara y una cámara de vacío y c) la instrumentación para la medida y control de la calidad del vacío.

Los objetivos a conseguir en este proyecto han sido:

- Asimilar los fundamentos teóricos de la Emisión Secundaria en materiales.
- Aprender el funcionamiento y manejo de los dispositivos necesarios para la medida del coeficiente de Emisión Secundaria.
- Realizar el montaje físico y puesta a punto del cañón de electrones.
- Depurar e incluir nuevas funcionalidades en la aplicación desarrollada para el control del cañón de electrones.
- Calibrar el cañón de electrones para las condiciones óptimas de la medida del coeficiente de Emisión Secundaria en función del tipo de material a caracterizar.
- Realizar un estudio preliminar de la Emisión Secundaria en metales y semiconductores.



1. Introducción y Objetivos.

- Analizar, estudiar y alcanzar conclusiones sobre las diferencias y similitudes de la Emisión Secundaria de las muestras estudiadas.

La presente memoria se compone de 6 capítulos detallados brevemente a continuación:

- 1º Capítulo: **Introducción y Objetivos.**
 - o En este capítulo se describen los objetivos del proyecto y se realiza una descripción del contenido de cada capítulo.
- 2º Capítulo: **Fundamentos teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.**
 - o En este capítulo se describen los fundamentos teóricos de la Emisión Secundaria de electrones, necesarios para la comprensión y análisis de los resultados que se van a obtener en los experimentos.
- 3º Capítulo: **Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.**
 - o En este capítulo se abordan los fundamentos teóricos de la Instrumentación usada: el Cañón de electrones Kimball ELG-2 y su fuente de alimentación, la pre-cámara de vacío con las bombas de extracción, los distintos dispositivos de medida de la presión y calidad del vacío, el conexionado del sistema y la aplicación usada para realizar las medidas necesarias para obtener el coeficiente de Emisión Secundaria.
- 4º Capítulo: **Mejoras añadidas a la aplicación, calibración y puesta a punto del cañón de electrones ELG-2B-5352.**
 - o En este capítulo se trata sobre las mejoras que se han añadido a la aplicación de control del sistema, además de la calibración y puesta a punto del cañón de electrones, donde se detalla el diseño del porta muestras usado para poder realizar las medidas dentro de la pre-cámara de vacío y los distintos experimentos llevados a cabo para configurar el cañón de electrones.
- 5º Capítulo: **Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.**
 - o En este capítulo se realizan las medidas y el análisis del coeficiente de Emisión Secundaria en distintos materiales, tales como aceros, metales nobles y semiconductores. En dicho capítulo se describen las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria de estos materiales y se analizan sus diferencias.
- 6º Capítulo: **Resumen y Líneas Futuras.**
 - o En este capítulo se explican las conclusiones a las cuales se ha llegado gracias a este proyecto, y se exponen posibles ideas que podrían



Trabajo Fin de Grado

Juan Francisco Lombardo Vidal

1. Introducción y Objetivos.

complementar el trabajo realizado, basadas en los resultados y conclusiones obtenidas.



2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

Cuando un haz de electrones golpea una superficie con suficiente energía cinética, esta emite electrones. Estos electrones son llamados electrones secundarios, siendo los electrones que golpean o bombardean la superficie los llamados primarios.

Este fenómeno fue descubierto por Austin y Starke [1] en 1902, mientras estudiaban la reflexión de rayos catódicos en superficies de metal, aunque no fue hasta más adelante cuando se realizó un estudio en profundidad sobre este fenómeno.

H. Bruining y K.G.McKay diferenciaron tres tipos de emisión de electrones:

- Los “verdaderos” electrones secundarios.
- Electrones “retrodispersados”, aquellos han sufrido una o más colisiones inelásticas con los átomos del material y son devueltos a la superficie.
- Electrones “dispersados elásticamente”, aquellos que no producen alteración en la estructura electrónica de los átomos del material.

Los primeros son consecuencia de la interacción de los electrones primarios con los átomos que forman el material, mientras que los otros dos, son resultado de la variación de la trayectoria de los electrones primarios debido a la penetración de estos dentro del material bombardeado.

La Emisión Secundaria de Electrones tiene muchas aplicaciones técnicas tales como:

- El desarrollo de detectores de multiplicadores de electrones.
- Microscopia electrónica de barrido(Scanning Electron Microscope).
- En Aceleradores de partículas.
- Espectroscopía de electrones.
- Dispositivos de fusión de plasma.
- Pantallas planas.

También son base fundamental en aplicaciones espaciales, como por ejemplo, los estudios que realiza la NASA [2] sobre la degradación de la superficie de los satélites espaciales, por el efecto de acumulación de carga en éstos. Este efecto es debido a la órbita y orientación del satélite, intensidad del viento solar y de las propiedades eléctricas del material que se halla en la superficie del satélite, estos

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

estudios permiten el desarrollo de técnicas que neutralicen esta carga para prevenir la degradación de la superficie del satélite.

2.1. Coeficiente de Emisión Secundaria (SEY).

Cuando un material es bombardeado con un haz de electrones, parte del haz es reflejado o dispersado elásticamente por los átomos de la superficie creando una corriente de electrones dispersados, mientras que el resto de los electrones del haz que penetran en la superficie del material son dispersados por colisiones inelásticas con los átomos del material. Estos electrones dispersados inelásticamente, o bien regresan a la superficie después de múltiples colisiones con los átomos del material, formando la corriente de electrones retrodispersados, o la energía entregada a los átomos del material por medio de los choques inelásticos, es usada para la emisión de nuevos electrones desde los átomos internos del material, que en caso de que alcancen la superficie y escapen, forman la corriente de los verdaderos electrones secundarios.

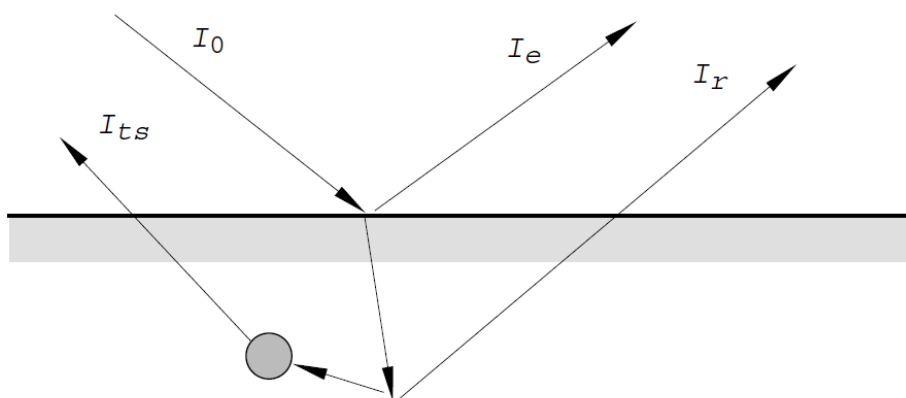


Fig 2. 1. Representación de las corrientes que componen de la Emisión Secundaria de Electrones.

En la figura 2.1 se muestra un esquema de las corrientes que se producen en un material cuando este es bombardeado con electrones.

- I_0 : representa la corriente del haz de electrones incidente sobre la muestra, también se denomina corriente de electrones primarios.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

- I_e : representa la corriente electrones dispersados elásticamente, es decir, aquellos que son reflejados cuando el haz incidente impacta sobre la muestra.
- I_r : representa los electrones retrodispersados, electrones del haz incidente que penetran la superficie de la muestra y son retrodispersados por medios de choques inelásticos con los átomos que conforman el material.
- I_{ts} : representa la corriente de los verdaderos electrones secundarios o “true secundaries”, creados por las colisiones inelásticas de los electrones del haz incidente con los átomos del material.

Teniendo en cuenta estas corrientes de electrones podemos definir los coeficientes de emisión como:

- Coeficiente de emisión de electrones reflejados elásticamente:

$$\delta_e = I_e/I_o$$

- Coeficiente de emisión de electrones retrodispersados o reflejados inelásticamente:

$$\delta_r = I_r/I_o$$

- Coeficiente de emisión de los verdaderos electrones secundarios:

$$\delta_{ts} = I_{ts}/I_o$$

Por lo que el coeficiente total de emisión secundaria de electrones de la muestra, corresponde con suma de cada una de las emisiones por separado:

$$\delta = \delta_e + \delta_r + \delta_{ts} = (I_e + I_r + I_{ts})/I_o = I_s/I_o$$

Ecuación 2. 1

Donde I_s se define como la corriente total de emisión secundaria emitida por la muestra.

En la figura 2.2 se muestran las contribuciones de los tres tipos de emisión de electrones en el caso de que un haz incidente de electrones con energía de 300 eV impacte sobre una superficie de acero inoxidable [3].

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

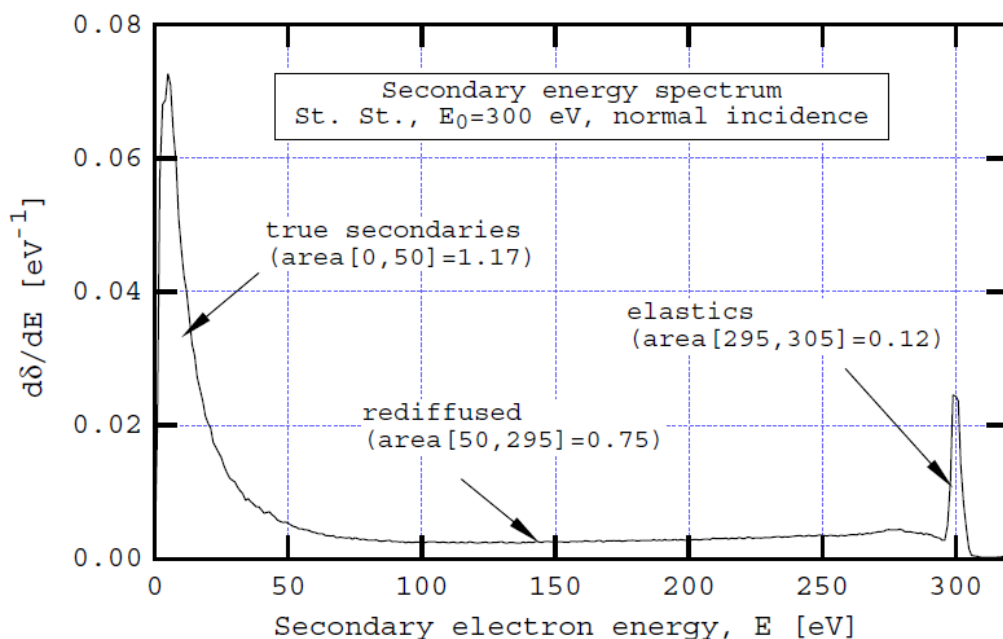


Fig 2. 2. Medida del espectro de energía $\partial\delta/\partial E$ para una muestra de acero inoxidable a una energía $E_0=300$ eV del haz incidente con un ángulo de incidencia normal a la superficie.

En la figura 2.2. se observa como los verdaderos electrones secundarios tienen una baja energía cinética, por debajo de 50 eV, mientras que los electrones dispersados elásticamente, tienen una energía alrededor de la energía de los electrones del haz incidente, en este caso 300 eV. De esta forma los electrones con energías comprendidas entre 50 y 295 eV, corresponden con los electrones retrodispersados. A su lado aparecen también los valores del coeficiente de cada tipo de emisión, en este caso $\delta_{ts} = 1.17$, $\delta_r = 0.75$ y $\delta_e = 0.12$.

En la figura 2.3 se muestra el coeficiente de emisión secundaria (δ) del mismo acero, en función de la energía del haz incidente y las contribuciones que realiza cada emisión a este coeficiente.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

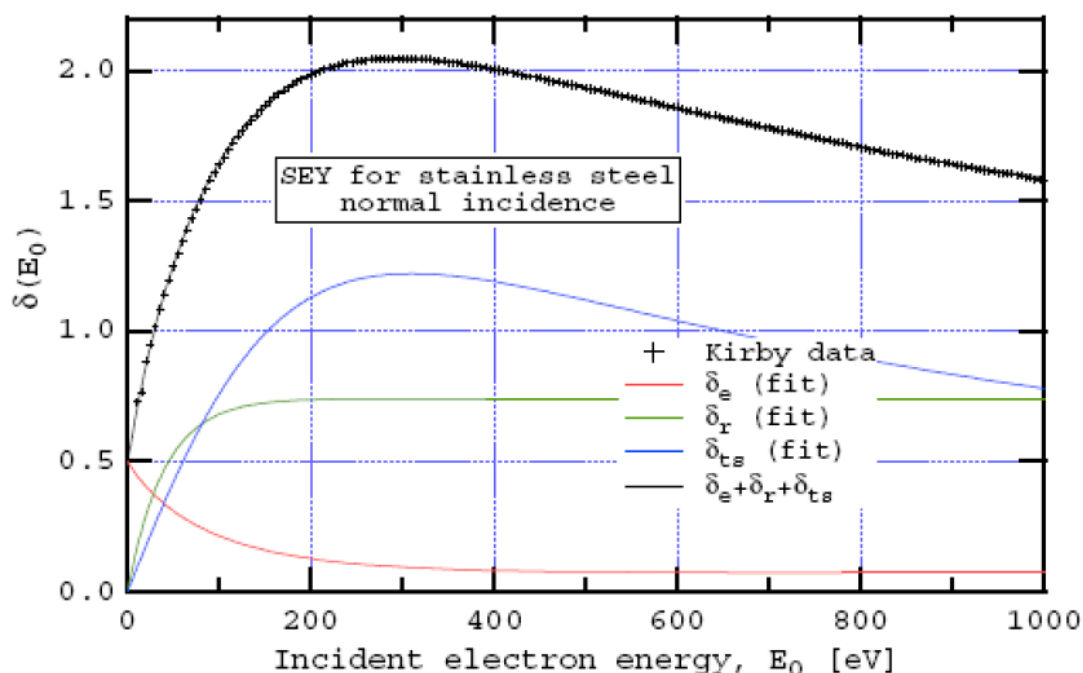


Fig 2. 3. Coeficiente de Emisión Secundaria de acero inoxidable tipo 304 en función de la energía del haz incidente.

En la figura 2.3 observamos que para valores de baja energía del haz incidente de electrones (<300 eV), δ se incrementa. Esto es debido a que con el incremento de la energía del haz incidente, más electrones secundarios pueden ser creados, puesto que el haz penetra a través de la superficie del acero inoxidable, interactuando así con más átomos del acero. Sin embargo, los electrones secundarios tienen una pequeña profundidad de escape (alrededor de 10 nm) debido a su baja energía (0 a 50 eV), por lo que va existir un valor de energía del haz incidente a partir del cual la profundidad de penetración de los electrones primarios es mayor que la profundidad de escape de los secundarios, es decir, los electrones secundarios creados no tienen energía suficiente para “escapar” del acero, resultando en la disminución de δ que se observa a partir de 300 eV.

2.2. Emisión Secundaria en materiales metálicos y aislantes.

En este apartado vamos a estudiar cómo influyen las propiedades de los materiales en los valores de su coeficiente de Emisión Secundaria.

2.2.1. Emisión Secundaria en Metales.

La figura 2.4 muestra las variaciones que se producen en el coeficiente de Emisión Secundaria en función de la energía del haz incidente de electrones para distintos materiales metálicos.

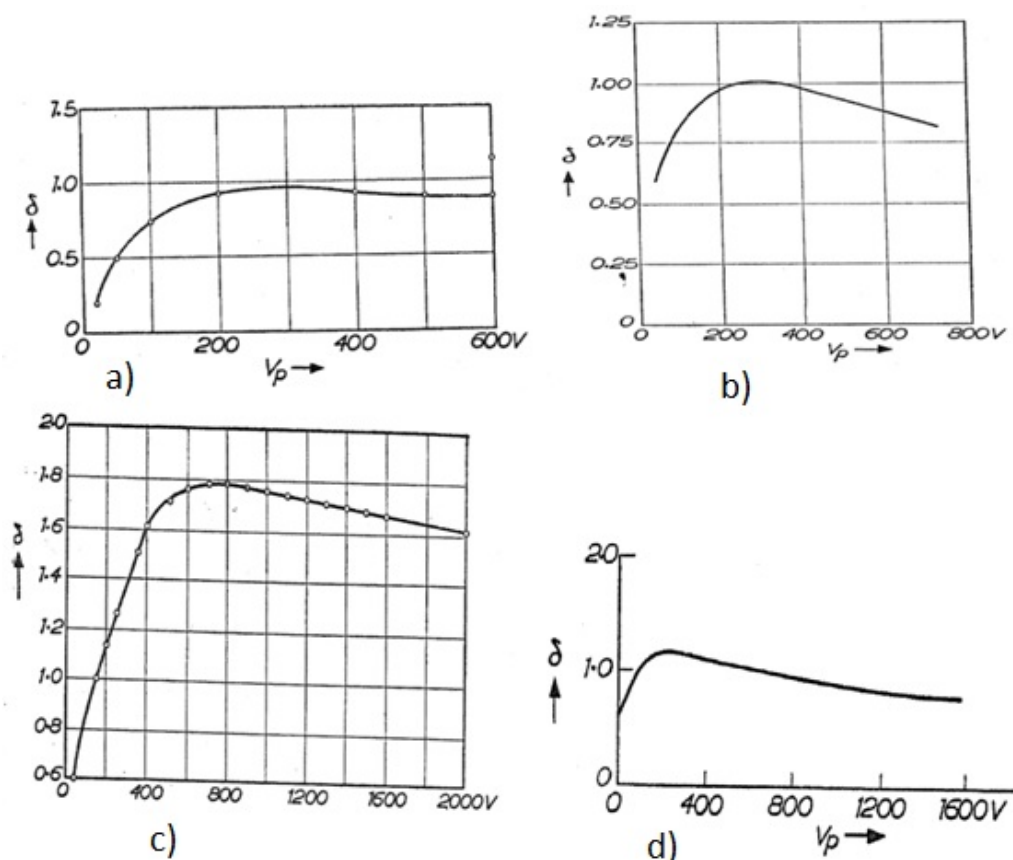


Fig 2. 4. Curvas de coeficientes de emisión secundaria de distintos materiales: a) aluminio, b) carbón, c) platino, d) silicio. [1]

En la figura 2.4 se observa como la forma de las curvas y los valores del coeficiente de Emisión Secundaria para una determinada energía del haz incidente varían según el tipo de metal que analizamos. Por ejemplo, podemos observar que el valor máximo del coeficiente de emisión secundaria del Platino es de 1.8 y que este máximo de emisión se produce cuando el haz de electrones es acelerado con una diferencia de potencial de 800 V. También se observa en la curva de Emisión Secundaria del platino que después de ese máximo los valores del coeficiente de Emisión Secundaria decaen muy lentamente con respecto a la energía del haz. Mientras que en las curvas b, c y d su forma o su velocidad de cambio ($d\delta/dE$) varía de un

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

material a otro, por lo que el máximo valor de emisión secundaria no siempre alcanza el mismo valor de energía

Los resultados mostrados en la tabla 2.1 confirman que los valores máximos del coeficiente de Emisión Secundaria y los voltajes V_p (energías del haz incidente) a los cuales estos máximos aparecen varían según el material bombardeado.

<i>Element</i>	δ_{\max}	$V_p(\max)$
Ag	1.5	800
Al	1.0	300
Au	1.46	750
B	1.2	150
Ba	0.83	400
Bi	1.15	550
Be	0.53	200
C	1.0	300
Cd	1.1	400
Co	1.2	700
Cs	0.72	400
Cu	1.3	600
Fe	1.3	350
Ge	1.2	400
K	0.75	200
Li	0.5	85
Mg	0.95	300
Mo	1.25	375
Nb	1.2	375
Ni	1.3	550
Pb	1.1	500
Pd	1.3	250
Pt	1.8	800
Rb	0.9	350
Si	1.1	250
Sn	1.35	500
Ti	0.9	280
W	1.4	700
Zr	1.1	350

Tabla 2. 1. Coeficientes de emisión máxima (δ_m) de una lista de materiales metálicos junto con el voltaje en el que ocurren estos máximos V_p . [1]

2.2.1.1. Emisión Secundaria y función de trabajo de los materiales.

En estudios realizados por McKay [3] se mostró una relación lineal entre el coeficiente de Emisión Secundaria máximo (δ_m) con la función de trabajo del material bombardeado (ϕ).

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

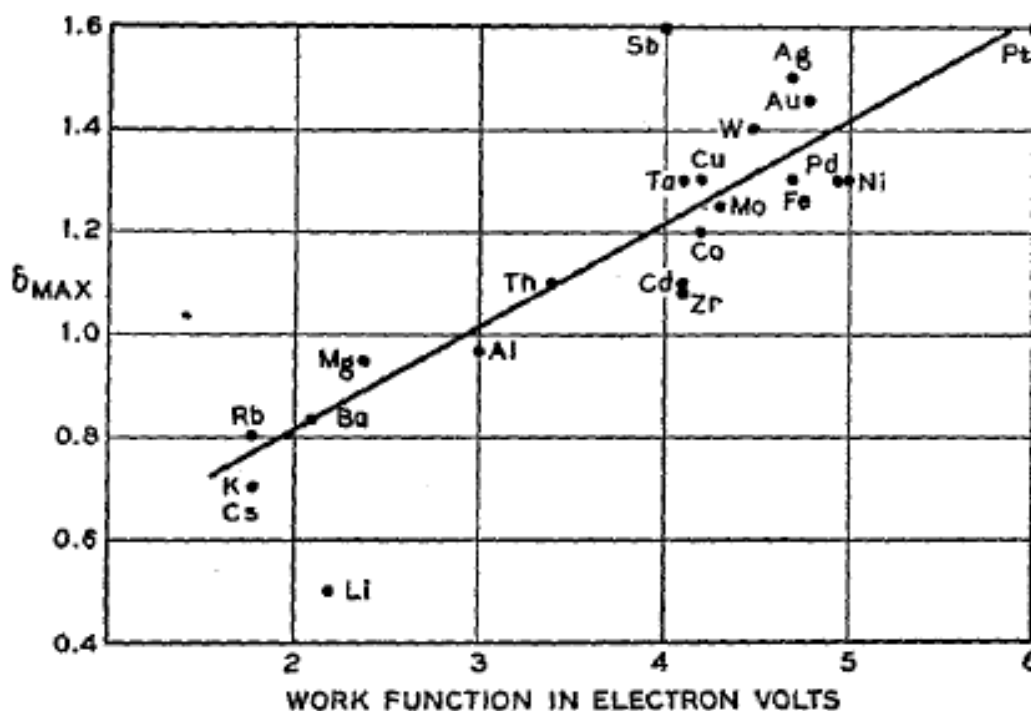


Fig 2. 5. Coeficiente máximo de Emisión Secundaria (δ_m) en función de la función de trabajo (ϕ). [3]

En la figura 2.5 se muestra dicha relación y se observa que los metales con alto coeficiente máximo de Emisión Secundaria son aquellos con una alta función de trabajo. La ecuación que relaciona el coeficiente máximo de emisión secundaria con la función de trabajo tiene la siguiente forma:

$$\delta_m = A - b\phi$$

Ecuación 2. 2

Donde A y b son constantes dependientes del metal en cuestión y del potencial de aceleración del haz V_p y ϕ representa la función de trabajo de la superficie del metal.

En la figura 2.6 se muestra la relación que existe entre la densidad de volumen y el coeficiente de emisión máximo, para los metales analizados en la figura 2.5. Se observa cómo el coeficiente máximo de Emisión Secundaria es proporcional a la densidad de volumen del metal.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

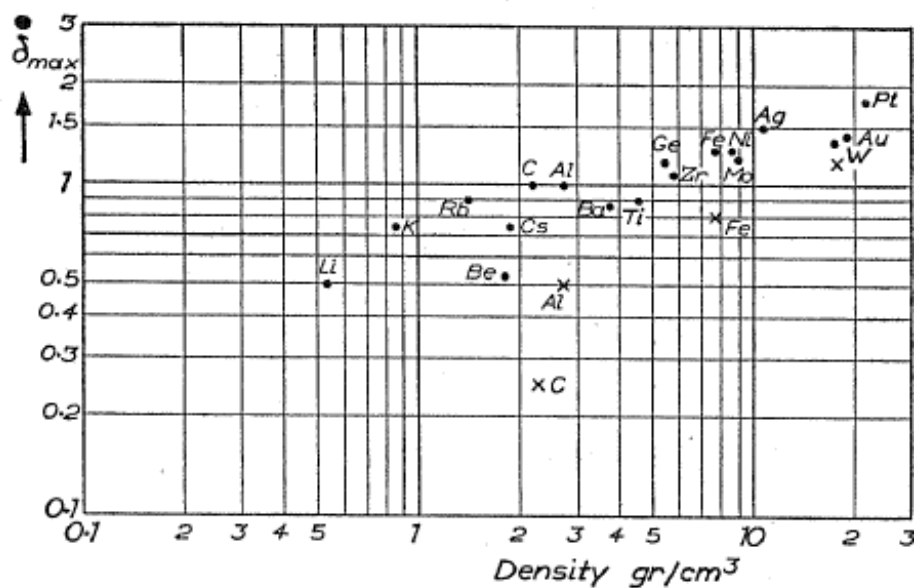


Fig 2. 6. Coeficiente máximo emisión secundaria (δ_m) en función de la densidad. [3]

2.2.1.2. Emisión secundaria y orientación cristalográfica.

Otra propiedad importante que influye en los valores del coeficiente de Emisión Secundaria es la orientación cristalográfica del material.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

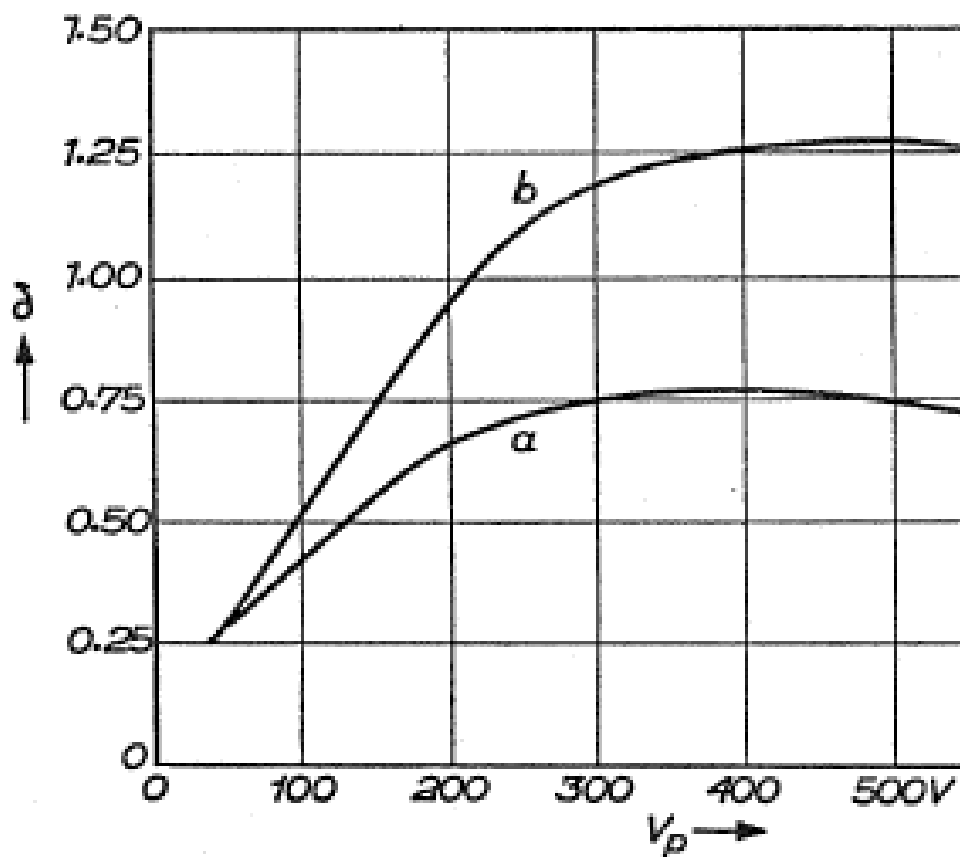


Fig 2. 7. Coeficiente de Emisión Secundaria de una muestra de Ni: (a) monocristalino, con el haz de electrones perpendicular a la orientación [100], (b) policristalino.[3]

En la figura 2.7 se observa que cuando el haz de electrones incide normal a los planos de orientación cristalográfica [100] en una muestra de níquel monocristalino, el coeficiente δ es menor que cuando incide sobre una muestra policristalina del mismo material. Este resultado es consecuencia de que la función de trabajo del material depende del plano cristalográfico y su orientación respecto a la superficie de incidencia del haz de electrones. Este efecto también se observa en el wolframio, en el que el valor de la función de trabajo en la dirección [111] es de 4,35 eV, mientras que en la dirección [110] alcanza un valor de 4,65 eV.

2.2.1.3. Emisión Secundaria y estado (mecánico y electrónico) de la superficie.

El estado mecánico (porosidad y rugosidad) en el que se encuentra la superficie del material sobre la cual incide el haz de electrones afecta a la emisión de electrones secundarios.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

Cuando una superficie presenta una alta rugosidad, causada por su baja calidad mecánica, o por partículas depositadas en su superficie, los electrones secundarios creados por el haz incidente pueden quedar atrapados dentro de la superficie del material debido a colisiones con las partículas que los rodean.

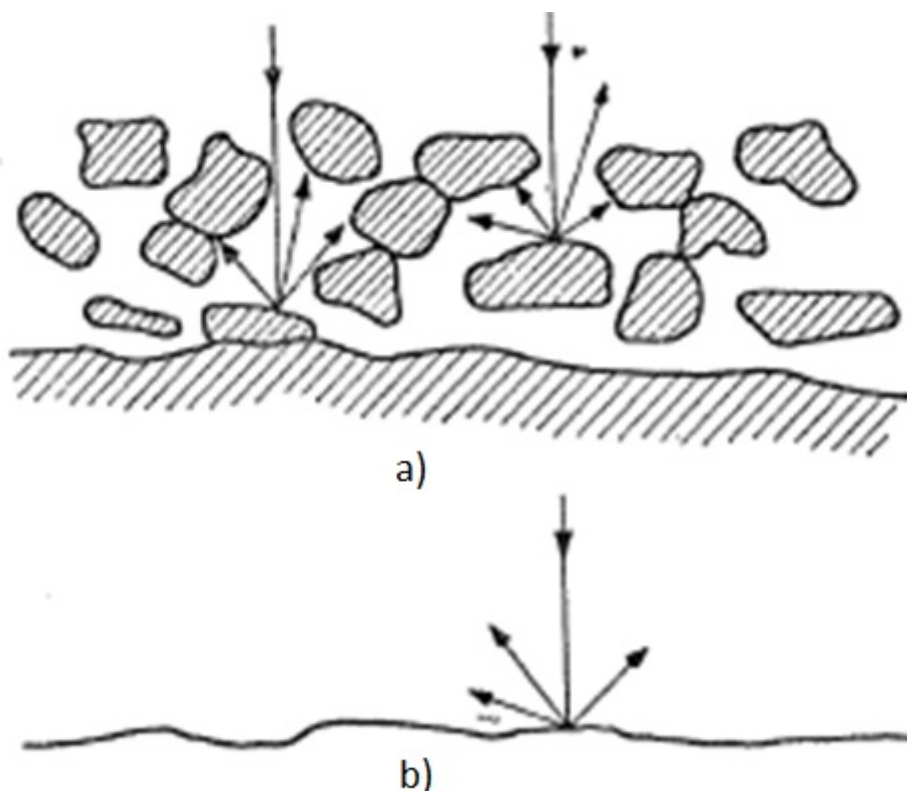


Fig 2. 8. Incidencia de un haz de electrones en una superficie: a) contaminada con partículas en su superficie o con alta rugosidad; b) baja rugosidad.

La figura 2.8 es una representación gráfica de una superficie contaminada llena de “pozos” donde pueden quedarse atrapados los electrones secundarios creados por el haz de electrones incidente, y otra superficie con una buena calidad mecánica.

En una superficie con rugosidades la información que se puede extraer de ella por medio de la Emisión Secundaria estaría modificada por las características mecánicas de la superficie. También es posible considerar que la contaminación de la superficie por partículas externas conlleva un efecto en el aumento de su rugosidad de la superficie, en cuyo caso los resultados obtenidos para el coeficiente de Emisión Secundaria no corresponderían con los de la muestra real. En la figura 2.9 se muestra un ejemplo del efecto que produce en estado mecánico de la superficie sobre el coeficiente de Emisión Secundaria.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

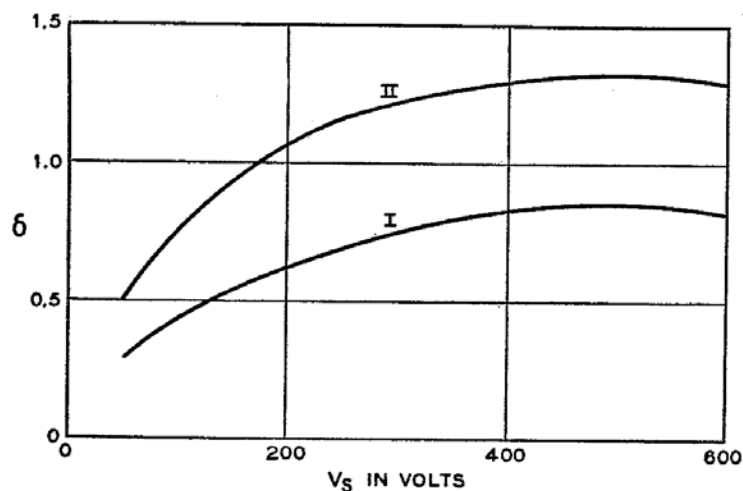


Fig 2. 9. (I) SEY de una muestra de hollín. (II) SEY de una muestra de carbón pulido. [3]

La figura 2.9 muestra las variaciones que se producen en el coeficiente de Emisión Secundaria debido a la variación del estado mecánico de la superficie, para una muestra de carbón. Se observa como el coeficiente de Emisión Secundaria para una muestra de polvo compactado de carbón es mucho menor que para una muestra de carbón pulido.

De lo anteriormente expuesto se observa que el control del estado mecánico de la superficie del material es fundamental para obtener una Emisión Secundaria “real”, es decir, desprovista de los efectos de la superficie. De aquí que se deban seguir procedimientos que minimicen los efectos que la calidad mecánica de la superficie del material produce en la Emisión Secundaria. Los procedimientos comúnmente usados son los siguientes:

- Si la rugosidad del material es alta, su superficie puede ser pulida para mejorar su calidad mecánica.
- Si la superficie del material presenta partículas depositadas, es posible eliminar estas partículas usando un cañón de iones que “limpie” la superficie por medio del bombardeo de iones sobre esta, o bien, realizar un tratamiento térmico al material que permita despedir las impurezas presentes en su superficie. Este último procedimiento debe usarse con precaución puesto que un calentamiento de la muestra puede alterar la estructura cristalográfica del material.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.**2.2.2. Emisión secundaria en Aislantes.**

Para obtener las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria en materiales conductores debe utilizarse una fuente de corriente directa, DC, que polarice la muestra respecto a la tierra del sistema, para poder medir las corrientes con las que se calcula este coeficiente, en un material aislante no podríamos obtener una medida de estas corrientes utilizando una fuente de DC, lo que hace que el proceso sea más costoso y complejo.

Cuando un haz de electrones incide sobre un material no conductor, aparece una carga en la superficie de este material, puesto que un material no conductor no permite el paso de electrones a través de él con facilidad. Estas cargas no pueden ser eliminadas fácilmente y crean campos eléctricos que modifican las corrientes por la muestra y con ello su Emisión Secundaria. La polaridad de la carga del aislante depende de la energía de los electrones incidentes. Una carga positiva aparece cuando el número total de electrones que dejan la muestra es mayor que el número de electrones que llegan y viceversa.

Si la energía de los electrones del haz incidente está por debajo de la primera energía de cruce del aislante E_1 (<100 V para la mayoría de los buenos aislantes), aparece una carga negativa, puesto que solo unos pocos electrones secundarios son creados por los electrones del haz incidente. Esta carga negativa también aparece cuando la energía de los electrones del haz que bombardean la superficie supera la segunda energía de cruce E_2 (>1keV para la mayoría de aislantes) debido a que los electrones del haz incidente penetran profundamente en el material que los electrones secundarios creados no tienen energía suficiente para alcanzar la superficie del material. Sin embargo, si el haz tiene energías entre E_1 y E_2 el material emite más electrones que los que recibe del haz, por lo que aparece una carga positiva en su superficie.

El concepto de energía de cruce será explicado en el apartado 2.3, pero básicamente es la energía que necesita el haz de electrones incidentes para obtener un $\delta=1$.

Por otro lado, al contrario que en los metales, el coeficiente de Emisión Secundaria de electrones varía significativamente con la temperatura de la muestra, puesto que la conductividad depende de la temperatura.

Debido al problema del potencial que aparece en la superficie del material aislante cuando este es bombardeado por el haz de electrones, existen una serie de métodos orientados a neutralizar esta carga:

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

- **Métodos estáticos:** Corrigen el potencial que aparece en la superficie del aislante debido al impacto del haz de electrones incidente.
 - o **Método de baja corriente:** usan corrientes del haz de electrones incidente muy bajas para conseguir que la superficie del material aislante se cargue lentamente, para poder representar el coeficiente de Emisión Secundaria en función del tiempo y, por extrapolación, deducir el coeficiente de emisión secundaria real.
 - o **Método del calentamiento:** consiste en aplicar un tratamiento térmico al material aislante, para convertir este material en semiconductor y así poder realizar las medidas, que nos permiten calcular el coeficiente de Emisión Secundaria, normalmente.
- **Métodos dinámicos:** Miden simultáneamente el potencial de la superficie y la emisión de electrones secundarios
 - o **Método del pulso directo:** el haz de electrones incidente se emite en pulsos que varían según evoluciona la carga que va apareciendo en la superficie de la muestra.

2.3. Procedimiento para el cálculo de SEY.

Estudiemos cómo se puede caracterizar una curva típica para el coeficiente de Emisión Secundaria, para ello necesitamos definir las siguientes magnitudes:

- E_1 : denominada primera energía de cruce, aparece cuando el coeficiente de Emisión Secundaria alcanza por primera vez el valor de 1.
- E_2 : denominada segunda energía de cruce, aparece cuando el coeficiente de Emisión Secundaria alcanza el valor de 1 por segunda vez.
- E_m : denominada energía máxima, es la energía a la que se produce el máximo coeficiente de Emisión Secundaria, representa la energía límite a la cual electrones secundarios comienzan a ser creados en capas demasiado internas del metal y no tienen la energía suficiente para “escapar” de este.
- δ_m : denominado coeficiente de Emisión Secundaria máximo, el punto donde el cociente I_s/I_p es máximo con I_s siendo la corriente que emite la superficie e I_p la corriente del haz de electrones que bombardea la muestra.

En la figura 2.10 se muestra una curva típica del SEY junto con las magnitudes que acaban de ser definidas.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

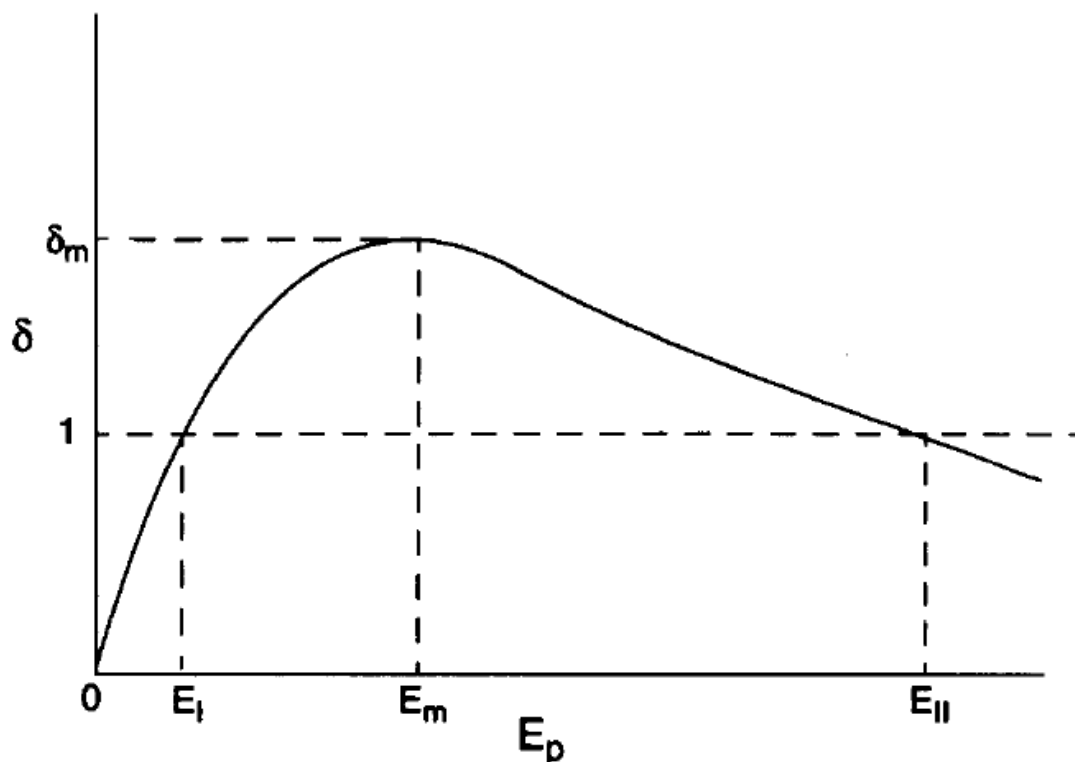


Fig 2. 10. Curva típica de SEY en función de la energía de los electrones primarios o del haz incidente (E_p). [4]

Realizar esta caracterización de las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria es fundamental para el análisis entre distintos materiales ya que nos permite normalizar las curvas del SEY.

2.3.1. Teoría semi-empírica para el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria. Curva de Emisión Universal.

Dionne [4-6] desarrolló una teoría semi-empírica para el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria de electrones (δ). Para ello Dionne asumió las siguientes hipótesis:

- El número de electrones secundarios producidos a una profundidad X (medida a lo largo del camino del electrón primario) es igual a la pérdida de energía de ese electrón primario ($-\partial E/\partial x$), dividido por la energía Ω requerida para producir un electrón excitado.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

- La probabilidad de migración para un electrón excitado a una profundidad X de la superficie es dada por $e^{-\alpha X}$, con α como la longitud efectiva de extinción inversa.
- La probabilidad de escape efectiva para un electrón secundario que alcanza la superficie es B .
- La dispersión angular de los electrones primarios está representada por la suposición adicional de que la media en la pérdida de energía es independiente de la profundidad X : $\partial E / \partial x = -E_p / R$, donde R es la profundidad de penetración. Esta suposición es conocida como la constante de pérdida.
- R está determinada por los electrones primarios, los cuales, no sufren la dispersión angular. En este caso la pérdida de energía de estos electrones sigue la siguiente ecuación: $\partial E / \partial x = -A / E^{n-1}$, donde n es un parámetro de ajuste experimental con valores entre 1,3 y 1,6.

Por lo que el coeficiente de emisión secundaria $\delta(E_p)$ se puede expresar de la siguiente manera:

$$\delta(E_p) = B \cdot \frac{E_p}{\Omega R} \cdot (1 - e^{-\alpha R}) / \alpha$$

Ecuación 2. 3

Donde la profundidad de penetración, R , viene dada por la ecuación 2.4 que tiene en cuenta la hipótesis que relaciona la profundidad de penetración de los electrones del haz incidente o primarios, con su energía E_p :

$$R = \frac{E_p^n}{An}$$

Ecuación 2. 4

Siendo A la constante de absorción de electrones primarios, y n un parámetro de ajuste experimental que alcanza un valor de 1,35 para un rango de E_p de [300 a 7000] eV.

Utilizando la ecuación 2.3 se obtiene una expresión que relaciona la primera energía de cruce (E_1) con el coeficiente máximo de Emisión Secundaria (δ_m) [4].

$$E_1 = 0,39 \cdot E_m / \delta_m$$

Ecuación 2. 5

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

La ecuación 2.5 es resultado de un modelo unidimensional que solo tiene valor cualitativo, esta ecuación puede ser generalizada introduciendo una dependencia exponencial δ_m .

$$E_1 = 0,51 E_m \delta_m^{-1,32}$$

Ecuación 2. 6

La ecuación 2.6 es válida para valores del coeficiente de Emisión Secundaria máximo superiores a 1,5, y nos permite calcular de forma teórica la primera energía de cruce conociendo el coeficiente de emisión máximo y a la energía del haz incidente de electrones en el cual se produce.

Teniendo en cuenta la ecuación 2.3 y del valor de la primera energía de cruce podemos representar el valor reducido del coeficiente de emisión secundaria δ_c/δ_m .

En la figura 2.11 se representan los valores reducidos, o normalizados, δ_c/δ_m del oro, acero inoxidable, vidrio de plomo y MgO en función de E_p/E_m . La escala de energía es logarítmica para enfatizar la parte de baja energía.

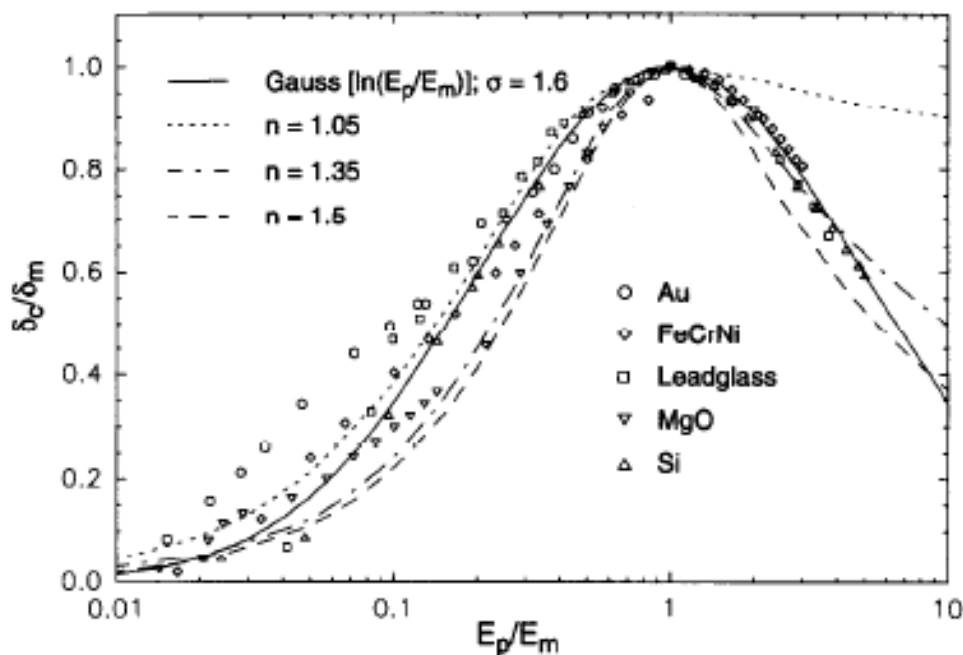


Fig 2. 11. Valor normalizado del coeficiente Emisión Secundaria δ_c/δ_m de varios metales en función de E_p/E_m . [4]

Estas curvas han sido ajustadas por la expresión dada por Dionne (Ec. 2.3) con distintos valores de los parámetros de n . De la figura 2.11 podemos concluir que con

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

independencia del tipo de material, es decir metálicos y no metálicos, todos siguen aproximadamente el mismo comportamiento para la dependencia δ_c/δ_m con E_p/E_m . Este comportamiento se conoce como curva “universal”.

Por otra parte, los ajustes realizados por Dionne con distintos valores de n , muestran que si nos hallamos en un coeficiente $E_p/E_m < 1$ el valor de n que mejor se ajusta a los valores experimentales de los metales normalizados es $n = 1.35$, mientras que si el valor de E_p/E_m es superior a 1, es necesario modificar el valor de n a 1.5. Esta variación de n se realiza para compensar las diferencias que ocurren a causa del efecto llamado Inelastic Mean Free Path (IMFP), definido como la distancia que viaja un electrón entre sucesivas colisiones inelásticas dentro del material. Cuando los electrones primarios penetran cada vez más en el material, este efecto es cada vez mayor, siendo necesario realizar un ajuste de n en la ecuación teórica del coeficiente de Emisión Secundaria.

Por otro lado, y teniendo en cuenta los comportamientos presentados en la figura 2.11 para δ_c/δ_m en función E_p/E_m , si realizamos un ajuste por la gaussiana descrita por la ecuación 2.7 con un $\sigma=1.6$, comprobamos que el ajuste realizado a través de esta ecuación es mejor que los ajustes realizados usando la fórmula de Dionne (Ec. 2.3) en todo el rango de E_p/E_m . La ecuación 2.7 es válida para realizar estimaciones teóricas del coeficiente de Emisión Secundaria.

$$\frac{\delta}{\delta_m} = e^{-\frac{(\ln \frac{E_p}{E_m})^2}{2\sigma^2}}$$

Ecuación 2. 7

Para la ecuación 2.7 también es posible obtener la primera energía de cruce en función de la energía máxima y el coeficiente máximo de Emisión Secundaria:

$$E_1^G = E_m \cdot e^{-\sqrt{5 \ln \delta_m}}$$

Ecuación 2. 8

La figura 2.12 muestra una comparativa de las primeras energías de cruce E_1 estimadas por Dionne (Ec. 2.6) y por la Gaussiana (Ec. 2.8), con los valores reales de E_1 de cada material, donde el ajuste de las estimaciones es mejor conforme más cerca estén estos puntos de la recta. Se puede comprobar que el ajuste de las primeras energías de cruce realizadas por la gaussiana es, en términos generales, más preciso que las estimaciones realizadas por Dionne.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

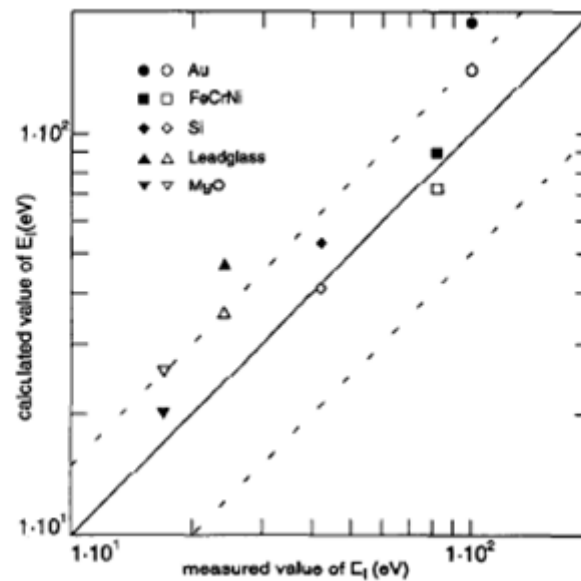


Fig 2. 12. Comparación de las primeras energías de cruce reales de cada material con las estimaciones realizadas por Dionne (puntos rellenos) y por el ajuste de la Gaussiana (puntos abiertos). [4]

2.4. Método experimental para el cálculo del coeficiente Emisión Secundaria.

El método experimental que usaremos en este proyecto para la determinación del coeficiente de emisión secundaria parte de la definición dada por la ecuación 2.1.

$$Ec\ 2.1 \rightarrow \delta = \frac{\text{Número de electrones emitidos por la superficie}}{\text{Número de electrones u otras partículas incidentes}} = \frac{I_s}{I_0}$$

Para hallar estos valores es necesario realizar dos medidas de la corriente en la muestra. La primera se realiza con la muestra conectada a tierra ($I_M(0V)$).

$$I_M(0V) = I_0 - I_s$$

Ecuación 2. 9

Posteriormente medimos la corriente con la muestra polarizada a 50 V ($I_M(50V)$). Esto asegura que los electrones creados en la muestra por efecto del bombardeo con el haz de electrones incidente no sean capaces de escapar de ella, resultando que corriente que circula por la muestra sea igual a la corriente primaria (I_0).

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

$$I_M(50V) = I_0$$

Ecuación 2. 10

Obtenidas estas dos corrientes es posible deducir la corriente secundaria combinando las ecuaciones 2.9 y 2.10:

$$I_s = I_0 - I_M(0V) = I_M(50V) - I_M(0V)$$

Ecuación 2. 11

Finalmente obtenemos la expresión que nos permite el cálculo del coeficiente de emisión secundaria:

$$\delta = \frac{I_s}{I_0} = \frac{I_M(50V) - I_M(0V)}{I_M(50V)}$$

Ecuación 2. 12

La figura 2.13 muestra un esquema de la disposición cañón-muestra que usamos en nuestro sistema de medidas para la determinación del coeficiente de Emisión Secundaria. Se observa el haz de electrones (I_0) procedente del cañón de electrones incide de forma normal a la muestra, los electrones emitidos por esta se denominan I_s . El picoamperímetro se encuentra conectado en serie con la muestra y con una fuente de voltaje en DC que polariza la muestra respecto a la tierra del sistema.

2. Fundamentos Teóricos de la Emisión Secundaria de Electrones.

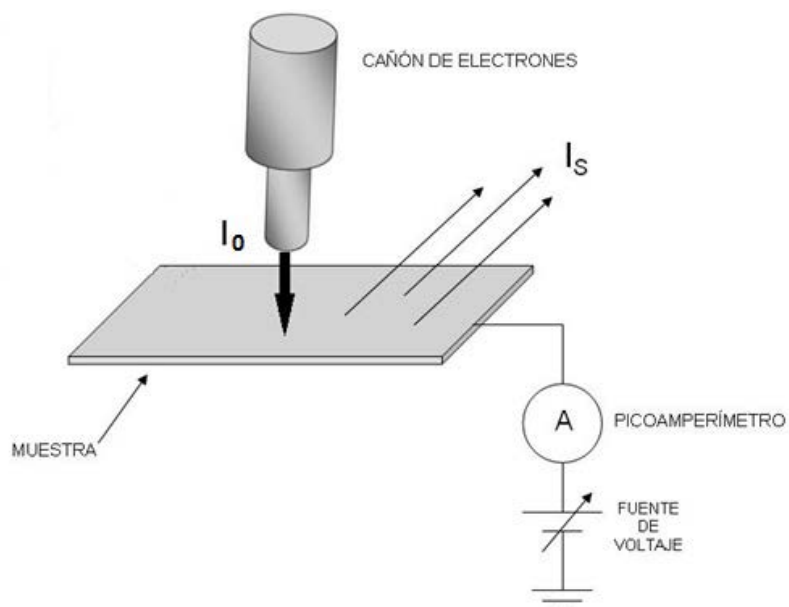


Fig 2. 13. Esquemático del sistema usado para la medición del SEY en una muestra.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Los elementos principales (equipos e instrumentación) utilizados en la medida de las magnitudes que nos permiten calcular el coeficiente de Emisión Secundaria son los siguientes:

- Cámara (pre-cámara) de vacío con cierre rápido
- Cañón de electrones Kimball ELG-2B-5352.
- Fuente de alimentación Kimball EGPS-2B-670.
- Sistema de Ultra-Alto-Vacío (campana).
- Sensores de vacío y Espectrómetro de masas QMS.
- Picoamperímetro Keithley 6487
- Tarjeta GPIB-USB-HS.
- Tarjeta DAQ PCI-6024E.
- Tarjeta PCI-6024E.
- PC.

A continuación haremos una breve descripción de cada uno de estos elementos a tendiendo a su principio de funcionamiento y características técnicas

3.1. Pre-cámara de vacío.

La pre-cámara de vacío es una cámara de pequeñas dimensiones donde podemos trabajar en las condiciones de presión necesarias ($\sim 10^{-8}$ Torr) para realizar las medidas de las magnitudes eléctricas que nos permiten calcular el coeficiente de Emisión Secundaria en un determinado material.

La pre-cámara cuenta con 8 entradas en los laterales, 6 de ellas son tubos de 45 mm de diámetro y de tres longitudes distintas donde se acoplan bridas CF-45, mientras que las otras dos entradas restantes tienen un diámetro de 51 mm y unas bridas CF-63. Todas estas entradas están dispuestas formando un ángulo de 45° entre ellas.

La parte superior (figura 3.1) encontramos una brida de apertura rápida por la que se introduce el porta muestras en el que previamente se fija la muestra por medio de pintura de plata o cinta conductor. El porta muestras es colocado en un soporte que permite variar su orientación respecto al plano de incidencia del haz de electrones.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

En la parte inferior (figura 3.2) existen 5 entradas, 4 de ellas (las más pequeñas), llevan bridas tipo CF-16 en las que se pueden conectar, por medio de los pasamuros correspondientes, elementos como termopares, guías eléctricas, sondas, etc. En el centro de la parte inferior hay una entrada de 51mm de diámetro, que con una brida CF-45 que conecta con un manipulador solidario al eje de giro del porta muestras. Este permite la traslación en la vertical y el giro en 180° respecto a un plano perpendicular al cañón de electrones.

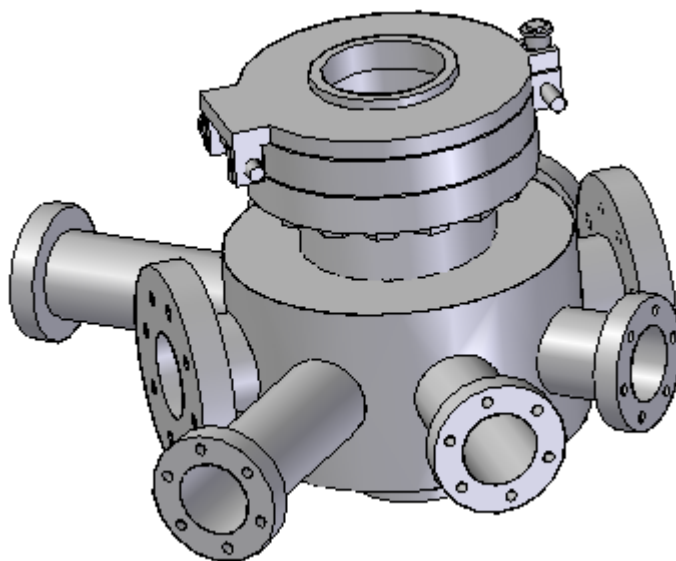


Fig 3. 1. Cámara de vacío (con énfasis) en la cara superior.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

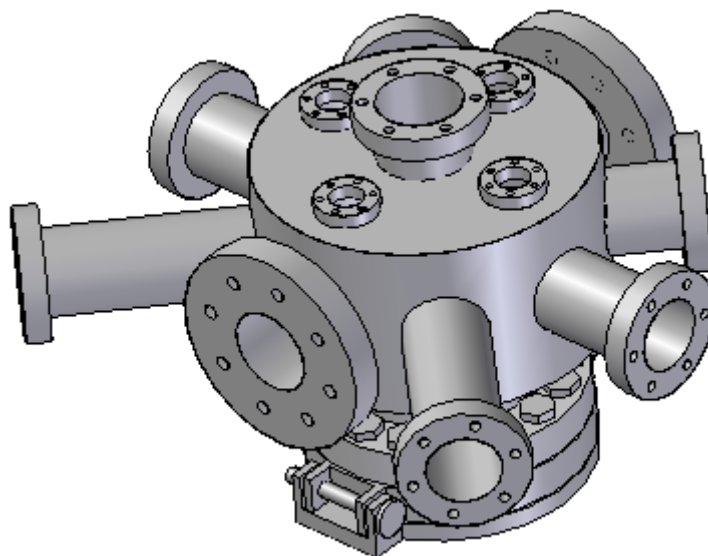


Fig 3. 2. Cámara de vacío (con énfasis) en la cara inferior.

3.2. Cañón de Electrones ELG-2B-5352.

El haz de electrones primarios que es emitido hacia el material del que se quiere conocer su coeficiente de Emisión Secundaria, procede de un cañón de electrones. Este usa un cátodo que genera dicho haz. La energía de este haz y su corriente son ajustables independientemente.

En el laboratorio se dispone de un cañón de electrones KIMBALL PHYSICS modelo ELG-2B-5352, que a su vez es alimentado por una fuente de alimentación modelo EGPS-2B-670.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.



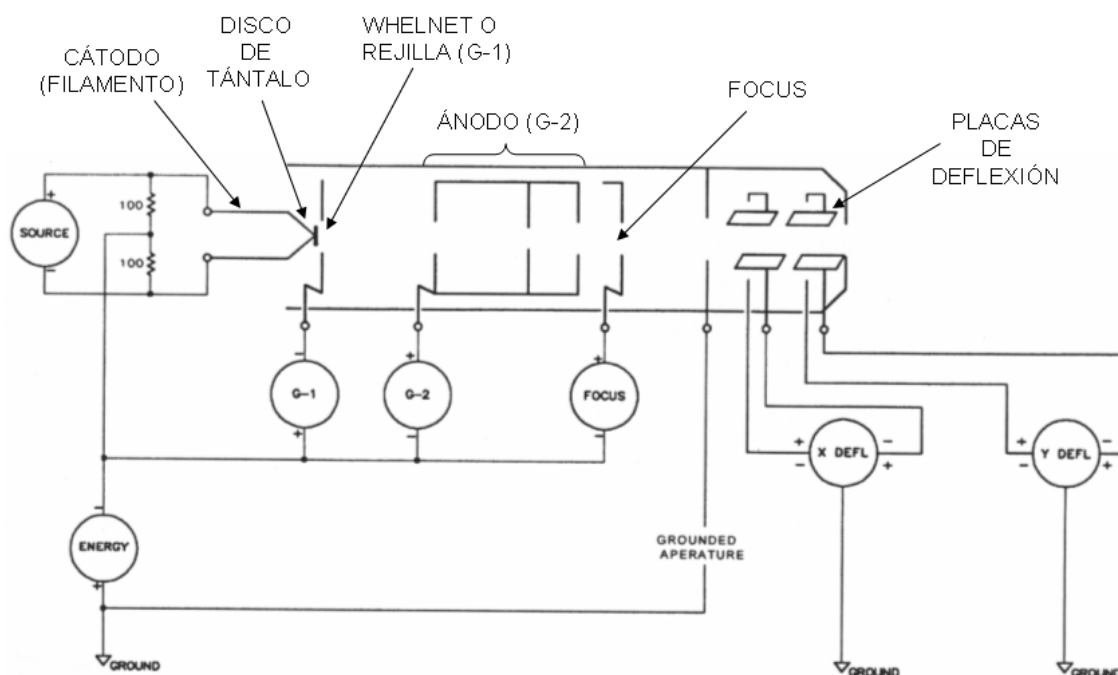
Fig 3. 3. Imagen del cañón de electrones Kimball ELG-2B-5352.

La tabla 3.1 muestra sus especificaciones técnicas.

Cañón de electrones ELG-2B-5352	
Energía del haz	5 eV hasta 1000 eV (ajustable independientemente).
Intensidad del haz	1 nA hasta 10 μ A (ajustable independientemente).
Amplitud energía	Aproximadamente 0,4 eV amplitud de corriente térmica.
Tamaño del punto luminoso (spot)	0,5 mm hasta 5mm a una distancia de trabajo de 2 cm (ajustable independientemente).
Distancia de trabajo	2 cm, recomendada para operaciones en muy baja energía. Variable: 5 mm hasta 10 cm.
Deflexión del haz	4 polos electroestáticos: $\pm 5^\circ$ a 1000 eV. Opcional: 8 polos electroestáticos.
Capacidad de pulsos	Opcional capacitiva: Subida/bajada ~ 10 ns, longitud del pulso ~ 20 ns hasta 100 μ s.
Uniformidad del haz	Gaussiana.
Unidad de disparo	Incluye el cátodo alineado, montaje Wehnelt (G1) y el primer ánodo.
Tipos de cátodo	Estándar: Metal refractario. Opcional: óxido de bario, Óxido de Torio.
Montaje	Estándar: brida giratoria de 2 $\frac{3}{4}$ pulgadas CF. Opcional: desmontable.
Copa de Faraday	Opcional: detector de copa de Faraday montado sobre el cañón, con control manual o neumático.
Alineamiento de haz	Opcional: mecánica con alineador $\pm 2^\circ$.
Longitud de inserción	Estándar: 15 cm, Rango: 11 cm hasta 17 cm.

	Cañón desmontado: inserción total del cañón con pines 135 mm.
Diámetro del cañón	25,4 mm en la brida del cañón, 19,1 mm en el cuello a 100 mm de la brida.
Alimentadores	Multipin soldado cerámico, con una carcasa rocada de acero inoxidable.
Cables/conectores	Multiconductor de alto voltaje con protección a tierra con conectores de aluminio acoplado para conectar el cañón y la fuente de alimentación. Longitud estándar: 3m. Opcional: 5m.
Horneado máximo	350 °C sin cables Con el actuador neumático de la copa de Faraday: 65 °C.

3.2.1. Descripción y Parámetros.



El cañón de electrones tiene un conjunto de elementos que generan y controlan el haz de electrones que este emite (Figura 3.4): Cátodo, Grid (G-1), Ánodo (G-2), Focus y deflexión. El cañón de electrones usa un cátodo de metal refractario (disco de tántalo) para generar el haz de electrones. Este haz es pre-acelerado en la



3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

zona de Grid/ánodo y luego centrado y acelerado o decelerado en la sección del Ánodo y del Focus. Es posible controlar directamente la energía, corriente, y divergencia del haz.

Con el objetivo de entender el correcto funcionamiento del cañón se realiza una descripción más profunda de cada una de las partes o elementos que componen el cañón de electrones.

3.2.1.1. Cátodo.

El cátodo está compuesto de un filamento de wolframio y un disco de tántalo montado sobre él, cuando el filamento es calentado por la fuente (SOURCE), este calienta el disco de tántalo comenzando a emitir electrones. Esta emisión de electrones es función de la temperatura a la que se encuentra el cátodo y del campo eléctrico creado entre el ánodo (G-2) y el cátodo.

La figura 3.5 muestra la emisión de electrones del disco de tántalo respecto a la temperatura del cátodo, cuando mantenemos el ánodo (G-2) fijo una baja tensión.

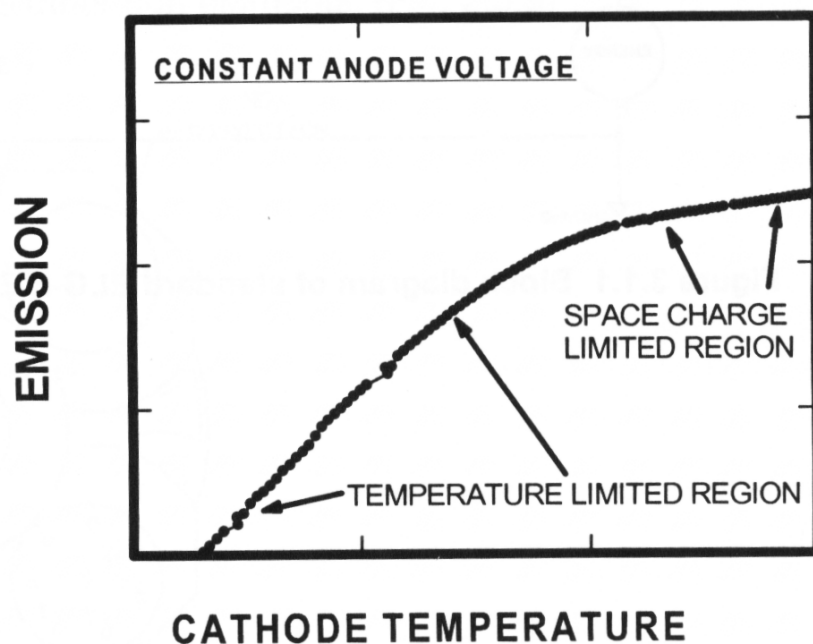


Fig 3. 5. Emisión de electrones respecto a la temperatura del cátodo.

Cuando la temperatura del cátodo es baja y al ser el valor de G-2 también bajo, nos encontramos en la zona gobernada por el límite de temperatura, donde la emisión aumenta con la temperatura, hasta alcanzar la zona limitada por el espacio de carga, donde la fuerza del campo eléctrico creado entre el ánodo (G-2) y el cátodo no es suficiente para extraer todos los electrones disponibles en el disco.

Si por el contrario, fijamos la temperatura del filamento (cátodo) manteniendo un potencial constante en él y aumentamos progresivamente el potencial del ánodo (G-2), la emisión de electrones del disco de tántalo se corresponde con la figura 3.6:

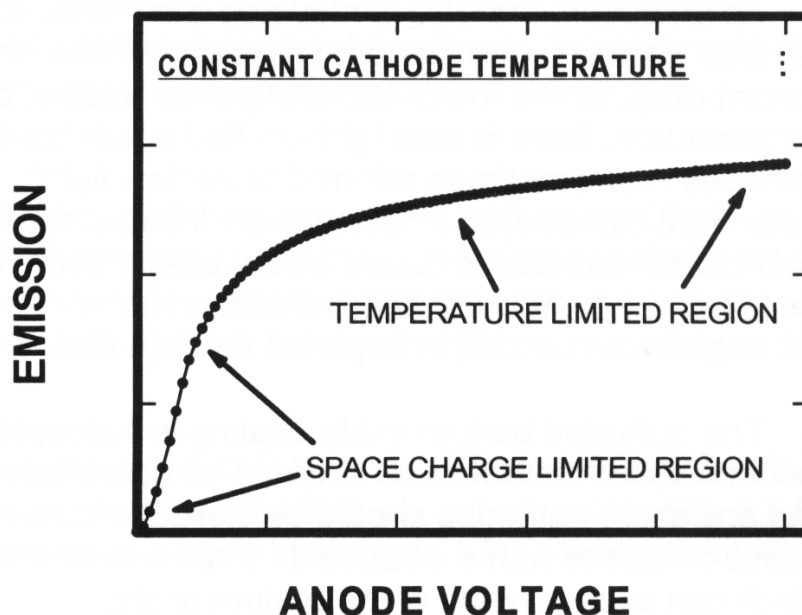


Fig 3. 6. Emisión de electrones en función del voltaje del ánodo.

Cuando nos encontramos en bajos potenciales del ánodo (G-2), y puesto que la temperatura del filamento se mantiene constante, nos encontramos en la zona limitada por el espacio de carga donde la emisión aumenta en función voltaje aplicado al ánodo (G-2), hasta alcanzar la zona limitada por la temperatura, donde la temperatura del filamento es demasiado baja para producir electrones adicionales que el ánodo (G-2) sea capaz de extraer, por lo que la emisión deja de aumentar.

3.2.1.2. Wehnelt o Grid.

El Wehnelt, también llamado Grid o G-1 es una estructura tubular con una apertura fija en uno de los extremos del cátodo. Su función es la de controlar la emisión de electrones procedentes del cátodo y está controlado por una fuente de tensión (G-1) referenciada al negativo de la fuente de energía.

Incrementando el potencial del Grid se consigue que el campo eléctrico creado entre G-1 y el cátodo frene la contribución de los electrones al haz. Este efecto se muestra en la figura 3.7, donde se observa la dependencia de la corriente del haz de electrones en función del potencial aplicado en el Grid (G-1) en los rangos de baja y alta energía del haz incidente. Se puede apreciar que independientemente de la

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

energía del haz, la corriente de electrones se desvanece para el mismo valor de potencial en G-1.

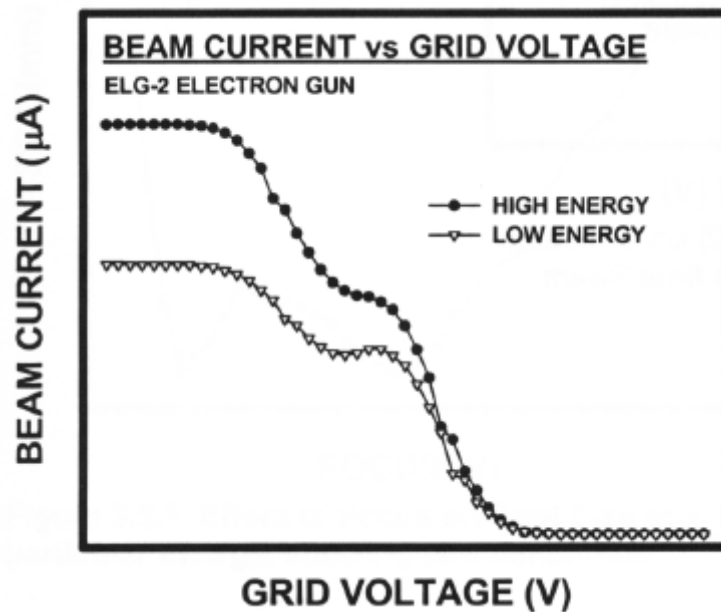


Fig 3. 7. Corriente emitida en función de G-1 para dos valores distintos de energía.

En la figura 3.8 se muestra la dependencia de la corriente del haz de electrones incidente, manteniendo su energía constante, respecto al potencial aplicado en el Grid (G-1), cuando se seleccionan distintos voltajes para el ánodo (G-2). Se observa en esta figura, a diferencia de la figura 3.7, que el punto de “desvanecimiento” del haz de electrones se desplaza a valores superiores de voltaje del Grid (G-1) conforme aumenta el voltaje aplicado en el ánodo (G-2).

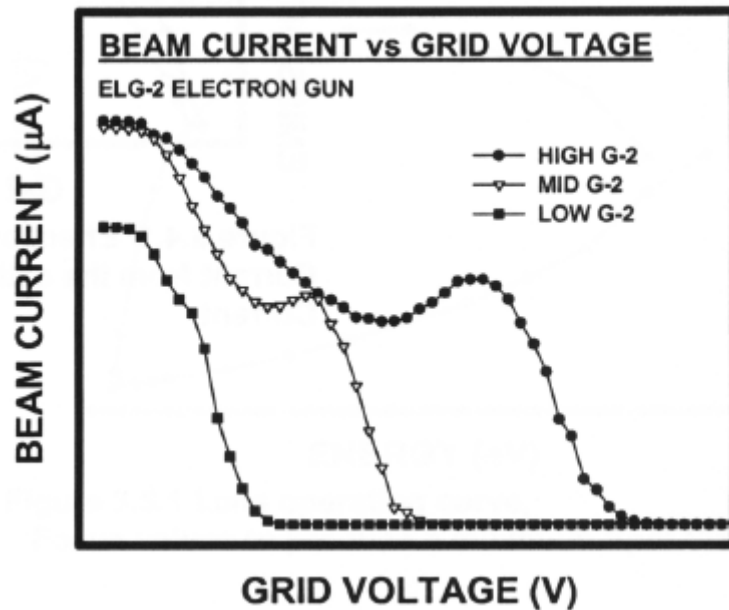


Fig 3. 8. Corriente emitida del haz de electrones en función de G-1 para diferentes valores de G-2.

3.2.1.3. Ánodo (G-2).

El ánodo (G-2) consiste en un tubo con tres aperturas. Su potencial es controlado por una fuente de tensión positiva referenciada al negativo de la fuente de alimentación. El potencial de G-2 controla la magnitud y dirección del campo eléctrico creado entre el cátodo y el ánodo para la extracción de electrones, pero el número de electrones emitidos viene determinado por el potencial del Grid (G-1).

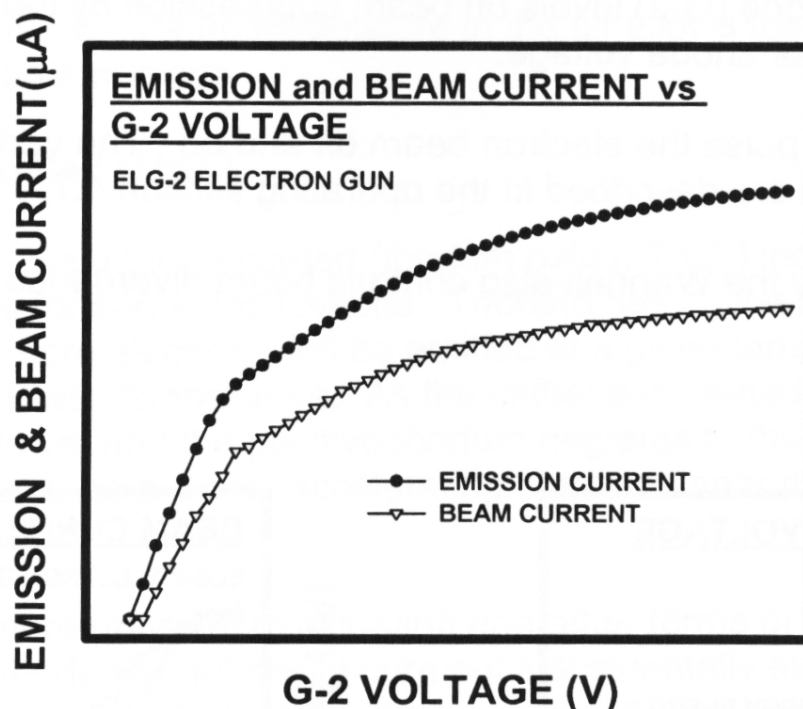


Fig 3. 9. Corriente de emisión y del haz en función de voltaje aplicado en G-2.

En la figura 3.9 se muestra como la corriente del haz, o en su lugar, la corriente emisión de electrones por el cátodo se incrementa en función del voltaje del ánodo (G-2), aunque esta corriente de emisión es cuantitativamente superior a la corriente del haz, puesto que esta última corresponde a la corriente de emisión una vez ha sido ajustada por el potencial de G-1. Debemos notar que el potencial del ánodo no determina la energía final de los electrones, sino que estará condicionada por los potenciales aplicados en la zona del Focus.

3.2.1.4. Focus.

El Focus es controlado por una fuente de voltaje referenciada al negativo de la fuente de energía. El incremento del potencial del Focus hace que éste sea más positivo con respecto al cátodo. El Focus, además de los potenciales de los otros elementos, afecta el tamaño del spot y forma parte de las lentes de zoom, también controla el diámetro del haz de electrones conforme se aproxima a la apertura puesta a tierra al final del cañón.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

La figura 3.10 muestra la relación entre el voltaje del Focus y tamaño de spot del haz emitido para una determinada energía. Se observa la aparición de dos puntos de mínimo tamaño de spot para dos valores distintos de Focus. Los valores de voltaje del Focus al cual aparecen estos puntos dependen de la energía del haz de electrones.

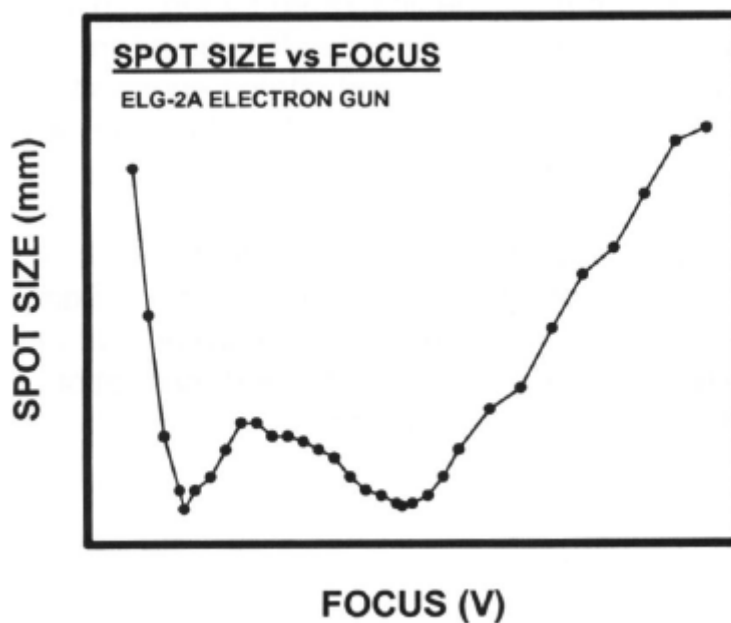


Fig 3. 10. Relación entre el tamaño del Spot del haz emitido en función del voltaje de Focus para una energía dada.

En la figura 3.11 se muestra la relación existente entre el valor de voltaje del Focus y de la energía del haz de electrones, para la obtención del mínimo tamaño de spot del haz emitido. Los valores que aparecen para cada energía del haz corresponden con los dos puntos de mínimo spot comentados en la descripción de la figura 3.10 siendo posible agruparlos en dos curvas (una por cada mínimo que aparece a energía constante). Estas dos curvas podrán ser aproximadas por polinomios para realizar un control automático del valor del Focus para la obtención del mínimo spot. Este proceso se explica más detalladamente en el apartado 4.1.2.

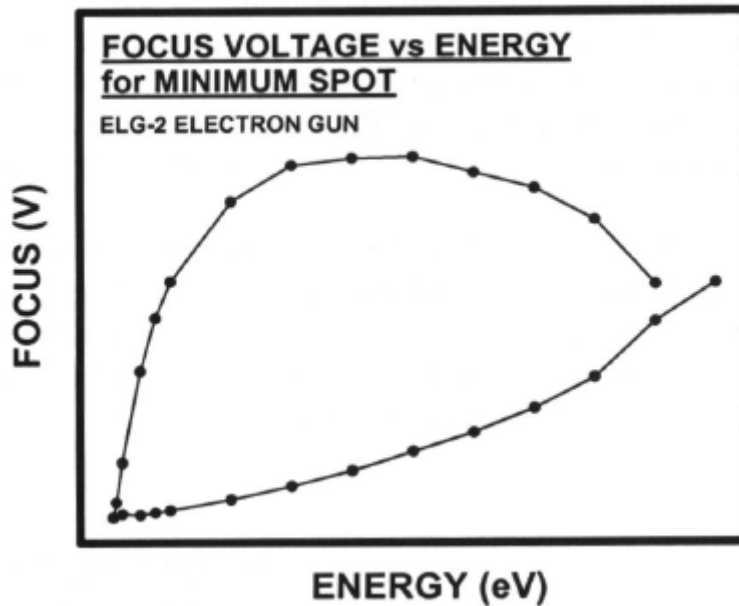


Fig 3. 11. Voltaje de Focus necesario para la obtención del mínimo Spot posible en función de la Energía del haz de electrones emitido.

Cabe destacar que cuando la energía del haz de electrones es muy baja y el coeficiente del voltaje aplicado entre el Focus y el ánodo (G-2) es bajo también, es posible que las lentes del Focus reviertan la dirección del haz causando el desvanecimiento de este.

3.2.1.5. Lentes de Zoom.

Las lentes de zoom la forman los campos eléctricos creados por potenciales aplicados entre G-2, el Focus, y la apertura final conectada a tierra. El haz que es pre-acelerado por el potencial aplicado en G-2, es posteriormente centrado y acelerado o decelerado por las lentes de zoom.

El coeficiente entre los potenciales aplicados al Focus y a G-2 determina aproximadamente el tamaño de spot, mientras que el coeficiente de los potenciales que se aplican a la fuente de energía ya G-2 determina la cantidad de aceleración o desaceleración que sufre el haz de electrones.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Estas lentes permiten flexibilidad en el control del haz emitido, puesto que aún al variar los voltajes de las fuentes de Focus, G-2, G-1 y de energía, es posible controlar el tamaño de spot y la corriente de este.

La energía del haz de electrones en la primera parte del cañón es determinada por el coeficiente entre los potenciales aplicados en el cátodo y ánodo (G-2), siendo esta energía modificada por efecto del voltaje aplicado en G-1 y en el Focus, cuando el haz deja esta región y alcanza la apertura puesta a tierra, este es acelerado o desacelerado dependiendo del coeficiente entre los potenciales que se aplican a la fuente de energía y a G-2.

Un ejemplo del perfil de energía del haz de electrones en su recorrido a través del cañón es mostrado en la figura 3.12:

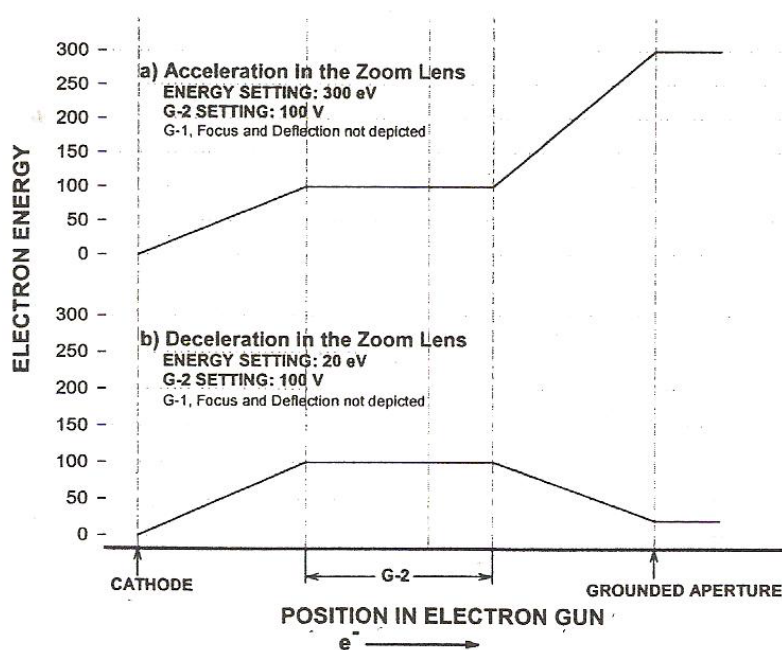


Fig 3. 12. Perfil de energía del haz de electrones mientras este atraviesa el cañón: ejemplos a y b.

En la figura 3.12 se muestran dos ejemplos, en el ejemplo a, la energía final del haz de electrones es de 300 eV, y G-2 tiene un valor de 100 Voltios, por lo que el haz de electrones es acelerado primero desde 0 eV hasta 100 eV y finalmente de 100 eV hasta 300 eV. Por otro lado, en el ejemplo b, la energía final del haz de electrones es de 20 eV con G-2 manteniéndose a 100 V, por lo que el haz de electrones es acelerado de 0 eV a 100 eV y luego es decelerado hasta los 20 eV.



3.2.1.6. Deflexión.

La deflexión en el haz de electrones se consigue por medio de dos pares de placas (X e Y) localizadas detrás de los elementos del Focus. Los potenciales aplicados a estas placas producen fuerzas que desvían el haz de electrones en un plano perpendicular a la dirección de propagación de los electrones, permitiendo dirigir el haz a un punto en concreto. Esto puede causar que el spot se distorsione.

3.2.1.7. Parámetros específicos de operación.

Los valores de los parámetros de funcionamiento recomendados por el fabricante para operar son mostrados en la tabla 3.2:

<i>Nivel de vacío</i>		<i>$1 \cdot 10^{-5}$ torr</i>		
<u>Tensiones iniciales de polarización</u>	<u>Fuente de alimentación</u>	<u>G-1(rejilla)</u>	G-2 (ánodo)	Foco
	<u>Rango</u>	0 a -25 V	0 a +100 V	0 a +1000 V
	<u>Ajuste inicial recomendado</u>	0 V	50 V	500 V
	<i>Referencia</i>	Filamento	Filamento	Filamento
<u>Corriente filamento</u>		Rango típico de operación: 1.50 A a 1.70 A Corriente máxima recomendada: 1.75 A		

Tabla 3. 2. Tabla con los valores recomendados por el fabricante para el cañón de electrones.

3.2.2. Modos de funcionamiento: barrido de energía y Focus; mínimo Spot.

Los tres modos de funcionamiento en los que se puede operar con el cañón de electrones:

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

- **Barrido en Energía con Focus constante:** Este tipo de modo de funcionamiento permite realizar un barrido de energía, entre dos valores que le damos al cañón, sobre una muestra, manteniendo el voltaje del Focus constante.
- **Barrido en Focus y Energía Constante:** Este tipo de modo de funcionamiento mantiene la energía en un valor determinado, mientras que el barrido se realiza entre dos valores del Focus dados previamente.
- **Barrido en Energía manteniendo el Focus en el valor que nos proporciona el mínimo tamaño de spot:** Este tipo de modo de funcionamiento nos permite realizar un barrido de Energía entre dos valores dados, pero el valor de Focus es ajustado para cada valor de energía para proporcionarnos siempre el mínimo spot posible. Las expresiones que proporcionan el valor del Focus para obtener un mínimo spot para una Energía dada pueden extraerse de las curvas que nos proporciona el fabricante. En la figura 3.13 se observa que se pueden realizar dos ajustes de Focus para obtener el mínimo spot.

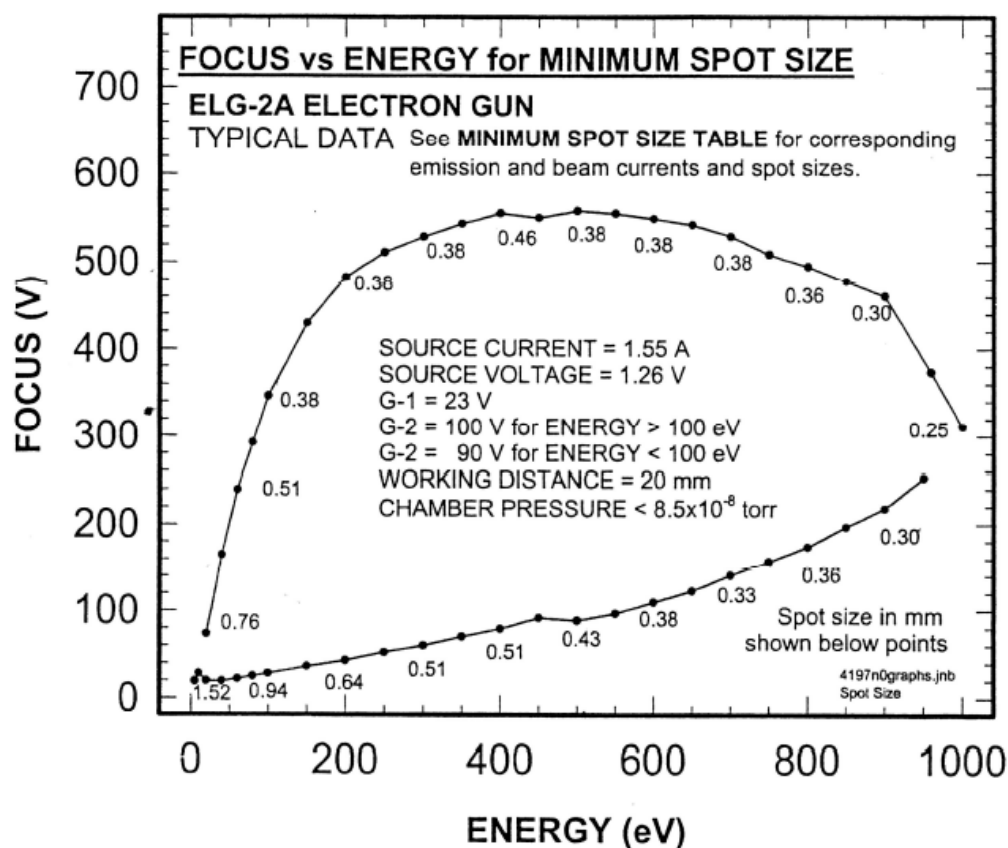


Fig 3. 13. Voltaje de Focus en función de la Energía para la obtención del mínimo spot.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.**3.2.3. Montaje del cañón en la pre-cámara de vacío.**

El cañón está instalado una de las aperturas de la pre-cámara de vacío, la unión se realiza con una brida de 2¾ pulgadas CF, además, el cañón cuenta con un trasladador que permite su desplazamiento horizontal, permitiendo cambiar la distancia entre el plano de la muestra y la boca del cañón.

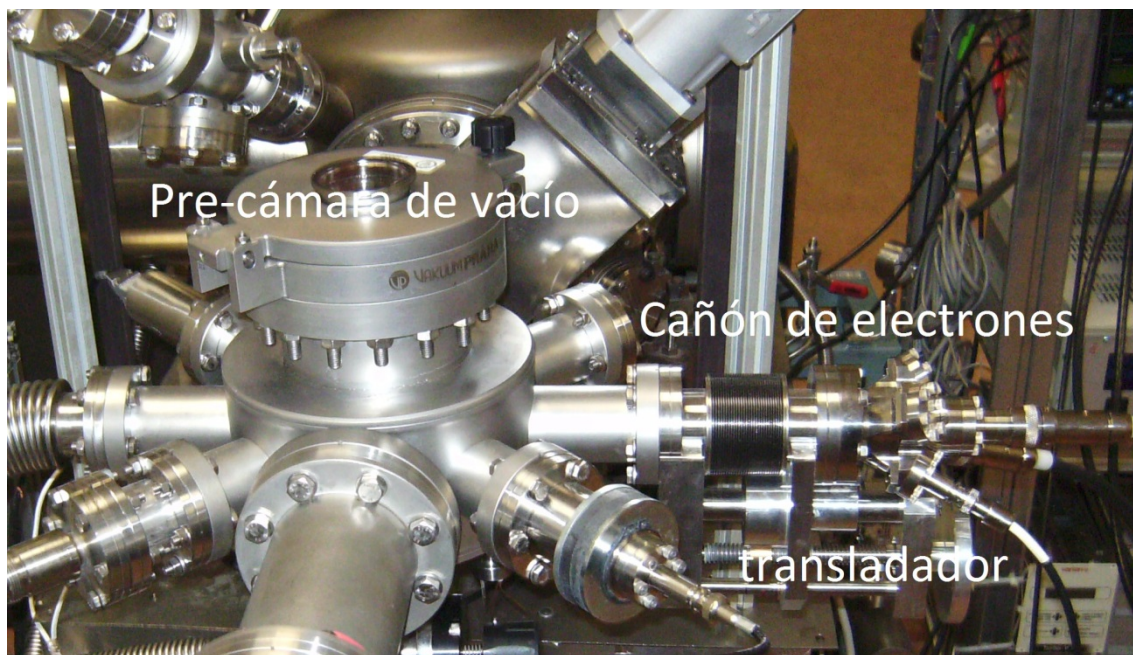


Fig 3. 14. Montaje del cañón de electrones junto con el trasladador en la pre-cámara de vacío.

3.3. Sistema de Vacío.

Tanto el cañón de electrones, como la muestra a analizar se encuentran dentro de una pre-cámara de Alto-Vacío, la cual debe mantenerse a una presión entorno a 10^{-8} Torr o inferior de forma que nos permita realizar el estudio de la de Emisión Secundaria de la muestra introducida.

Para conseguir mantener y controlar estos niveles de presión o “nivel de vacío” dentro de la cámara, son necesarias la utilización de diferentes bombas de extracción y una instrumentación específica que describe a continuación.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

3.3.1. Elementos que componen el sistema de bombeo. Rangos de Presión.

La extracción de las partículas gaseosas que se encuentran dentro de la pre-cámara de vacío se realiza en varias etapas. Esto es debido a que las bombas de extracción usadas tienen un rango de operación, es decir, sólo pueden funcionar entre dos niveles de presión. Como se muestra en la figura 3.15 ninguna bomba es capaz de pasar de presión atmosférica a ultra-alto-vacío por sí sola.

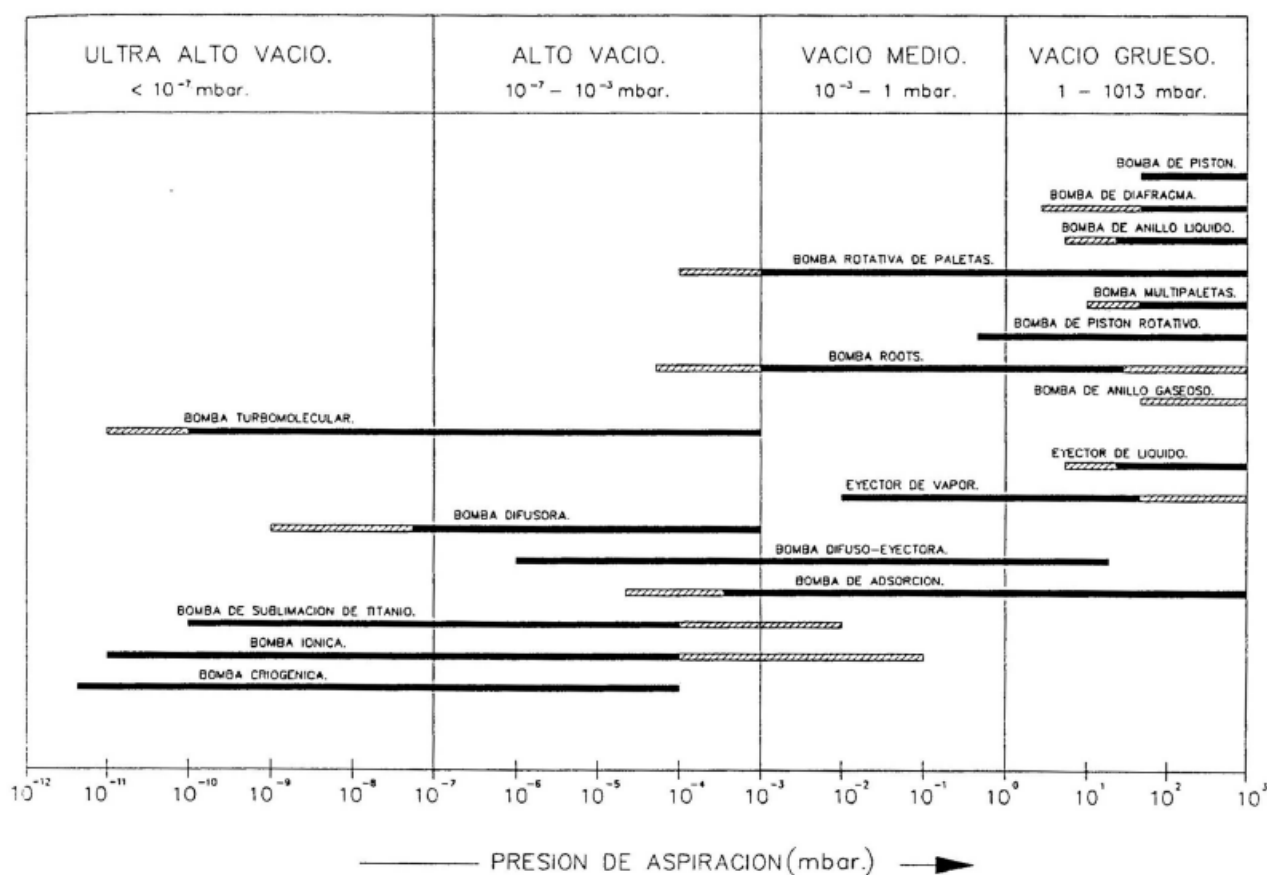


Fig 3. 15. Rangos de presión de trabajo de distintos tipos de bombas.

Cada una de estas bombas tiene una serie de parámetros, que es necesario conocer para una correcta elección de aquellas que más se ajusten a las características deseadas para nuestro sistema, es decir, niveles finales de presión.

- **Velocidad de bombeo (S):** Corresponde con el volumen de gas evacuado por unidad de tiempo a una determinada presión.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

- **Carga de gas (“throughput”)**:Corresponde con la masa de gas evacuado por unidad de tiempo.
- **Presión última (P_s)**:Corresponde con la presión más baja que se puede alcanzar con una determinada bomba.
- **Presión máxima permisible en la boca de aspiración**:Corresponde con la presión límite a la cual la bomba puede empezar a trabajar.
- **Contrapresión máxima**:Corresponde con la presión máxima que puede descargar la bomba. Si esta contrapresión es inferior a la atmosférica, para poder expulsar sus gases a la atmósfera necesitan de una bomba primaria en serie con ella.

Aparte de estas características los distintos tipos de bombas de vacío se pueden agrupar en dos grupos, bien diferenciados dependiendo de su modo de funcionamiento.

- **Bombas mecánicas**: Son bombas que transfieren una cierta cantidad e movimiento a las moléculas del gas mediante la interacción con un material en movimiento. Ejemplos de estos son las rotatorias, de eyectores, turbomoleculares, etc.
- **Bombas de captura o ingestión**: Suelen tener un proceso de ionización y aceleración de las partículas del gas por medio de campos eléctricos hasta que, finalmente, son enterradas en las paredes del sistema. Dentro de este grupo, se encuentran las bombas iónicas, bombas de condensación y las de absorción, entre otras.

El procedimiento que se ha usado en nuestro sistema de UHV para alcanzar el valor de vacío deseado se divide en tres etapas, una por cada bomba usada. Primero se usa una bomba rotatoria de paletas modelo Varian SH-110 para pasar de valores de presión atmosférica a valores del orden de 10^{-2} Torr, una vez alcanzado este valor conectamos una bomba turbomolecular Varian modelo V-70 969-9358 para alcanzar valores de presión del orden de 10^{-6} Torr y finalmente conectamos una bomba iónica de la firma Varian Vacion Plus 500, la cual mejorará el vacío con presiones que pueden alcanzar valores de 10^{-11} Torr.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

3.3.1.1. Bomba rotatoria de paletas Varian SH-110.

Este tipo de bomba (figura 3.16) está formado por un cuerpo cilíndrico donde gira, en posición excéntrica, un rotor provisto de ranuras, en las cuales, se introducen las paletas. Estas paletas pueden deslizarse libremente en las ranuras del rotor, y por efecto de la fuerza centrífuga crean espacios cerrados que aumentan progresivamente de volumen, absorbiendo aire del recipiente a evacuar y expulsándolo por el conducto de descarga.

El volumen operativo de la bomba aumenta de cero hasta un valor máximo, este volumen queda aislado del exterior y se comprime progresivamente para empujar el aire hacia el exterior por medio del conducto de descarga. Las bombas en seco pueden trabajar, en servicio continuo, tanto con presión atmosférica, como al máximo vacío, sin ningún problema.

Las especificaciones técnicas de la bomba rotatoria de paletas Varian SH-110 están presentadas en la tabla 3.3:

Velocidad máxima de pico	50Hz: 90 lpm, $5'4 \text{ m}^3/\text{hr}$, 3'3 cfm 60Hz: 110 lpm, $6'6 \text{ m}^3/\text{hr}$, 4 cfm
Presión última	$5 \cdot 10^{-2}$ Torr
Presión máxima de entrada	760 Torr
Presión máxima de salida	$1'14 \cdot 10^{-3}$ Torr
Conexión de entrada	NW25
Adaptador de conexión de aspiración	1/4" Female NPT
Gas lastre	1/8" Female NPT
Características del motor (1 fase)	0'25 HP (0'19 kW)
Velocidad de operación	50 Hz: 1425 rpm; 60 Hz: 1725 rpm
Voltaje	1 fase – 50-60 Hz/100-115-200-230 VAC

Tabla 3. 3. Tabla con las especificaciones técnicas de la bomba rotatoria Varian SH-110.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.



Fig 3. 16. Imagen de la bomba rotatoria de paletas Varian SH-110.

3.3.1.2. Bomba turbomolecular V-70 969-9358.

Su funcionamiento se basa en la dirección y velocidad que adquieren las partículas de gas cuando estas chocan con una superficie móvil a gran velocidad. El rotor gira a 75000 rpm enfrente de un estator, las partículas que chocan contra el rotor, adquieren una cierta velocidad y dirección. Como la distancia entre estator y rotor es muy pequeña ($< 5\text{mm}$), estas moléculas pueden chocar innumerables veces, aumentando en cada choque la probabilidad de que esta partícula se dirija a la salida.

La contrapresión de la bomba no es la atmosférica sino que está en el orden de 10^{-2} Torr, por ello, esta bomba se conecta después de que la bomba rotatoria de paletas haya alcanzado valores cercanos a su presión última (5×10^{-2} Torr).

Un esquema de esta bomba es mostrado en la figura 3.17:

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

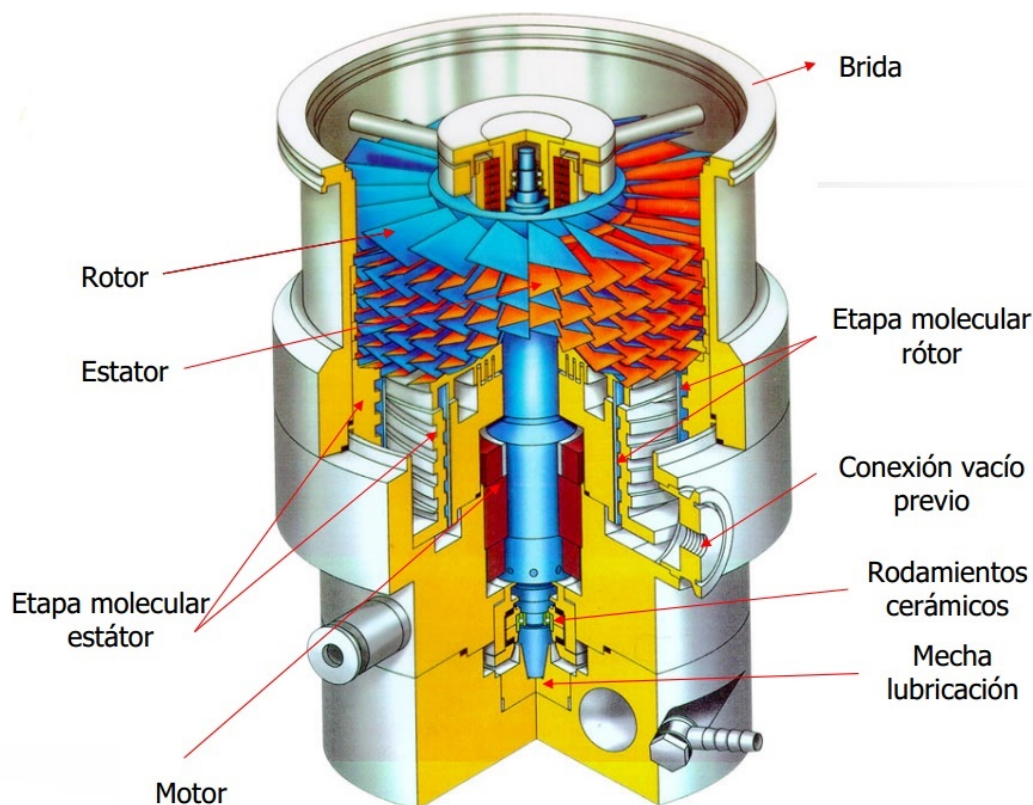


Fig 3. 17. Esquema de la bomba turbomolecular V-70 969-9358.

Las características técnicas de la bomba turbomolecular V-70 969-9358 se presentan en la tabla 3.4:

Velocidad de bombeo	68 l/s
Presión Última	8×10^{-8} Torr
Velocidad de rotación	75000 rpm
Tiempo de arranque	< 60 sec
Requerimientos de refrigeración	Convección natural de aire Opcional: aire o agua forzado
Fluido refrigerante agua	Flujo: 10l/h Temperatura: 10 – 30 °C Presión: 2 – 4 bar
Condiciones ambientales durante el funcionamiento	Temperatura de operación : 5 – 35 °C Presión máxima: $1'5 \times 10^3$ Torr Humedad: 0 – 95 %
Nivel de ruido	45 dB (1 m)
Entrada	54 Vac, 3 fases, 1250 Hz
Lubricación	Permanente

Tabla 3. 4. Tabla con las características técnicas de la bomba turbomolecular V-70 969-9358.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Además la bomba está conectada a un controlador Varian Turbo-V 81-AG (figura 3.18), una unidad compacta montada con un monitor alfanumérico, conindicación del estado de la bomba, velocidad de rotación, corriente, alimentación y temperatura de los rodamientos.



Fig 3. 18. Controlador Varian Turbo-V 81-AG y bomba turbomolecular V-70 969-9358.

3.3.1.3. Bomba iónica Vacion Plus 500.

Una bomba iónica funciona capturando moléculas de gas y almacenándolas dentro de ella, al contrario que las bombas mecánicas, que funcionan manteniendo dentro de ellas una densidad de gas inferior a la del ambiente al cual están bombeando, permitiendo extraer estas moléculas de la zona deseada.

Un inconveniente de las bombas iónicas es que debido a su funcionamiento basado en la captura y almacenamiento de partículas estas necesitan ser reacondicionadas o substituidas al cabo de un tiempo.

Normalmente, estas bombas reciben el nombre de Sputter Iónicas (o Getter Iónicas) ya que las moléculas del gas que son ionizadas causan la pulverización (sputtering) del agente gettering. Este material (Getter) reacciona químicamente con los gases activos presentes en la cámara de vacío para formar compuestos estables que se depositan en las paredes internas de la bomba. El Getter, generalmente de Titanio, consiste en una placa o un electrodo de este material, el cual es continuamente pulverizado y erosionado por los iones del gas presente en la cámara.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

La mayoría de los dispositivos de ionización funcionan de la misma forma. Gracias a una diferencia de potencial aplicada en una pareja ánodo-cátodo, se liberan electrones del cátodo, que a alta velocidad impactan con las moléculas del gas existente en el sistema ionizándolas. Bajo la influencia de un campo eléctrico fuerte, el ión se acelera hacia el cátodo de Titanio. La fuerza de esta colisión es suficiente para hacer que los átomos sean expulsados del cátodo y pulverizados sobre las paredes de la bomba. El titanio, recientemente pulverizado, es extremadamente reactivo y reacciona con los gases activos. Los compuestos que resultan, se acumulan en las superficies internas y paredes de la bomba.

En concreto, en la bomba Vacion Plus 500 (figura 3.19) usada tiene tres posibles configuraciones del cátodo, siendo cada una útil para una determinada aplicación:

Technical Specifications			
	StarCell®	Noble Diode	Diode
Nominal pumping speed for Nitrogen (*) (l/s)	410	440	500
Operating life at 1x10 ⁻⁶ mbar (hours)	80,000	50,000	50,000
Maximum starting pressure (mbar)	≤ 1x10 ⁻²	≤ 1x10 ⁻³	
Ultimate pressure	Below 10 ⁻¹¹		
Inlet flange	8" CFF (NW 150) AISI 304 ESR		
Maximum baking temperature (°C)	350		
Weight, kg (lbs)	120 (264)		
(*) Tested according to ISO/DIS 3556-1-1992			

(*) Tested according to ISO/DIS 3556-1-1992

Tabla 3. 5. Tabla de especificaciones técnicas de la bomba iónica Vacion Plus 500 con sus tres posibles configuraciones de cátodo.

- **Diode Vacion Plus.** Es una versión de la configuración Diodo. Esta versión tiene mayor velocidad de bombeo tanto para el oxígeno (O₂), el Nitrógeno (N₂), el dióxido de carbono (CO₂) y el monóxido de carbono (CO). También proporciona la mayor velocidad para el hidrógeno (H₂). Pero, esta versión no debe emplearse en aplicaciones donde pueda haber gases nobles como el Argón (Ar), Helio (He) y el metano (CH₄).
- **Noble Diode Vacion Plus.** Esta versión también corresponde a la configuración Diodo, pero el disco de Titanio es sustituido por uno de Tántalo, permitiendo así mayor velocidad y estabilidad en el bombeo de gases como el Argón y el Helio. Esta versión es aconsejable cuando se trabaja con vacíos muy altos, lo cual haría esta versión la ideal para nuestros experimentos, pero puesto que nuestra cámara sufre grandes diferencias de presión, ya que esta se tiene que abrir y cerrar no se aconseja esta versión.
- **StarCell Vacion Plus.** Esta versión consiste en una configuración tríodo que maneja una alta cantidad de gases (mejor que la versión Noble Diode) y de

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

hidrógeno (comparable a la versión Diode), proporcionando además mayor velocidad de bombeo para el Metano, Argón y Helio. Esta versión es la ideal para trabajar a presiones en torno a los 10^{-7} Torr o superiores.

Por lo que la versión de cátodo usada es la Starcell Vacion Plus.



Fig 3. 19. Bomba iónica Vacion Plus 500.

3.3.2. Métodos de medida de presión. Calidad de vacío.

Para conocer y controlar los valores de vacío de la cámara, es necesario el uso de sensores que indiquen de forma precisa el nivel de vacío en el que se encuentra esta. Lo que permite después, realizar las medidas necesarias para el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria y trabajar en condiciones seguras para los equipos que recogen dichas medidas.

En el laboratorio contamos con 4 sensores que identifican el nivel de presión de las cámaras.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

3.3.2.1. 972B Dual Mag.

Este transductor ofrece medidas desde la presión atmosférica hasta 1×10^{-8} Torr y está compuesto por dos sensores independientes.

El sensor MicroPirani (figura 3.20) se basa en la medida de la conductividad térmica de los gases presentes en la cámara, para ello cuenta con un chip de silicio junto con un elemento resistivo caliente formando una superficie con una cavidad. Debido a la geometría del sensor, la convección no puede tener lugar dentro de esta cavidad, por lo que se mide la pérdida de calor de las moléculas de gas que pasan por difusión a través del elemento caliente.

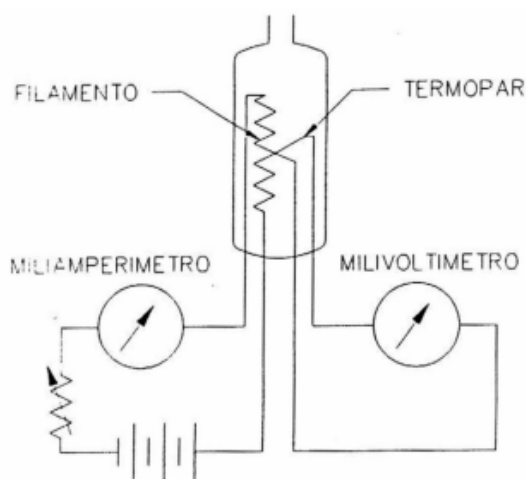


Fig 3. 20. Esquema de un sensor Pirani.

El sensor de cátodo frío Inverted Magnetron (figura 3.21) consiste en dos electrodos, cátodo y ánodo, entre los cuales se aplica un alto voltaje por medio de una resistencia. Los electrones que abandonan el cátodo a causa de este voltaje, se mueven a alta velocidad hacia el ánodo ionizando las moléculas de gas presentes en la cámara de vacío y produciendo una descarga de dicho gas. La medida de presión depende de la medición de la corriente de gas descargado.

En el exterior del cátodo hay un anillo permanentemente magnetizado que genera un campo magnético dentro de la cámara. Los electrones que viajan entre el cátodo y el ánodo a causa de este campo realizan trayectorias espirales lo que permite incrementar la probabilidad de colisión de los electrones con las moléculas del gas.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

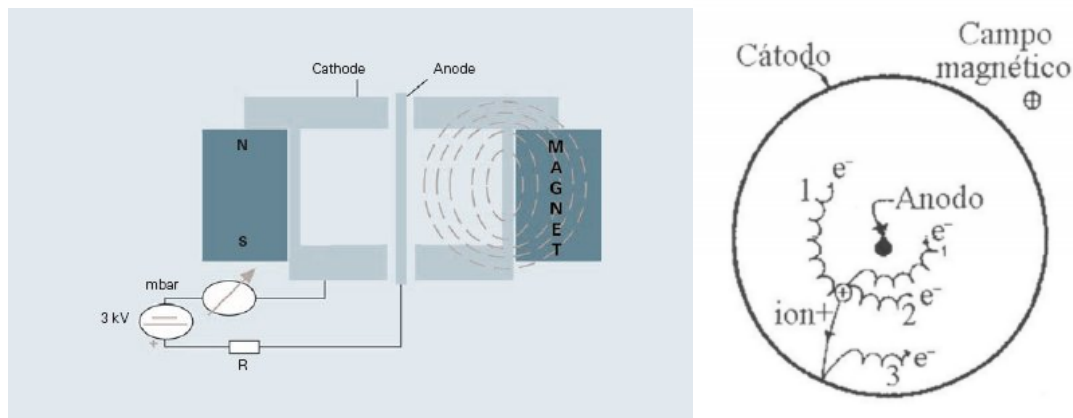


Fig 3. 21. Esquema de funcionamiento de un Inverted Magnetron.

El sensor Pirani tiene un rango de funcionamiento desde presión atmosférica hasta 10^{-3} Torr, mientras que el sensor de cátodo frío es capaz de medir desde 10^{-3} Torr hasta 10^{-8} Torr.

Ambos sensores muestran los valores de presión que detectan a través de un controlador de vacío MKS PDR 900-1 (figura 3.22).



Fig 3. 22. Controlador de vacío MKS PDR 900-1 y sensor 972 Dual Mag.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.**3.3.2.2. Sensor de cátodo caliente Bayard-Alpert.**

El sensor de cátodo caliente consta principalmente de 3 partes: una fuente de electrones, un colector de iones y un colector de electrones o rejilla (figura 3.23).

El filamento es calentado para emitir electrones de forma controlada, que son atraídos por la rejilla. La rejilla al estar dispuesta en espiral, permite que los electrones que circulan por ella ionicen las moléculas de gas que pueda haber en la cámara de vacío. Los cationes creados en este proceso de ionización son atraídos por el colector de iones. Esta corriente que circula por el colector de iones es proporcional a la densidad de partículas de la cámara y a partir de esa medida es posible calcular la presión.

El sensor de cátodo caliente es capaz de medir niveles de vacío entre 10^{-3} y 10^{-10} Torr.

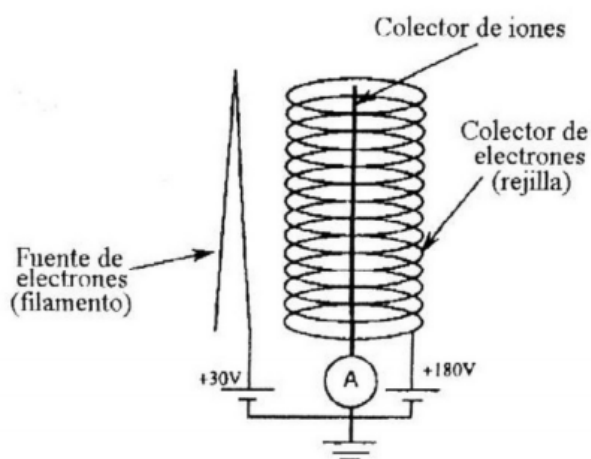


Fig 3. 23. Esquema de un sensor Bayard-Alpert.

3.3.2.3. Cuadrupolo Hiden Analytical IDP-300N.

Cuando queremos caracterizar el nivel de vacío de un sistema de UHV no sólo basta conocer el valor de la presión nominal a la que se encuentra el sistema sino también y en mayor medida es importante conocer aquellos gases que lo componen y que dan lugar a esta presión final o vacío residual del sistema. Con el objetivo de realizar un análisis del vacío residual al sistema se le acopla un analizador de masa que

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

nos permite identificar los componentes y las cantidades de aquellos gases que forman parte del vacío residual del sistema.

El espectrómetro de masas, o analizador cuadrupolar detecta los iones existentes en un determinado volumen, debido a las diferentes trayectorias que siguen estos iones por a sus relaciones carga-masa. En nuestro caso, es un analizador estándar compuesto de un espectrómetro de masas MSIU conectado a una cabeza de Radio Frecuencia (RF) en cuyo extremo se encuentra una sonda IDP (Ion Desorption Probe), la cual va instalada dentro de la cámara de vacío (figura 3.24).

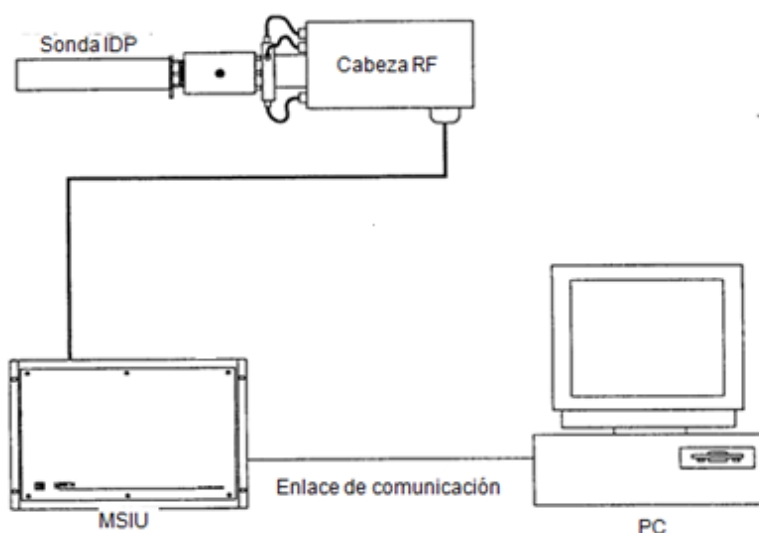


Fig 3. 24. Esquema del espectrómetro de masas.

Estas sondas constan de tres partes (figura 3.25): una fuente que produce los iones, un filtro de masas que produce las variaciones de trayectorias y el detector, que mide el número de iones que no han sido deflectados. El cuadrupolo usado en el laboratorio es de la firma Hiden Analytical, modelo IDP-300N y es mostrado en la figura 3.26.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

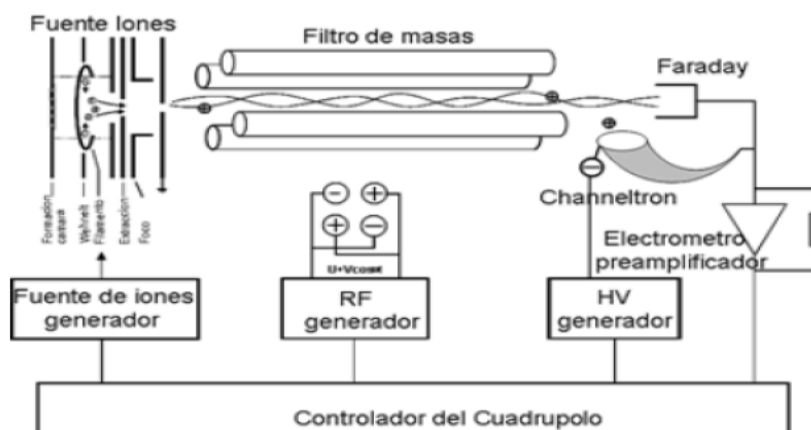


Fig 3. 25. Esquema de la sonda IDP.



Fig 3. 26. Cabeza RF y sonda IDP conectada a la cámara.

Las especificaciones técnicas del cuadrupolo usado se muestran en la tabla 3.6:

Rango de masas	1-300 uma
Detección de iones positivos	
Rango de energía de iones	± 100 eV
Presión de Trabajo Máxima	$3.7 \cdot 10^{-6}$ Torr
Resolución	5% del valle entre dos picos adyacentes de igual altura a lo largo de todo el rango de masas

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Velocidad de Barrido	200 uma/seg
Cuentas	Mínimo: un ion por segundo Máximo: 10^7 iones por segundo
Emisión de electrones	Variable mediante software entre 20 μ A y 2 mA
Energía de los electrones	Variable mediante software entre 0 y 150 eV
Rango T (°C) funcionamiento	5-40
Cabezal montado en brida CF-63 / 114 mm \varnothing externo	

Tabla 3. 6. Tabla con las especificaciones técnicas del cuadrupolo IDP-300N.

En la figura 3.27 se muestra el espectro de barras de los gases más importantes que aparecen en las mediciones con el cuadrupolo en función de su relación carga-masa.

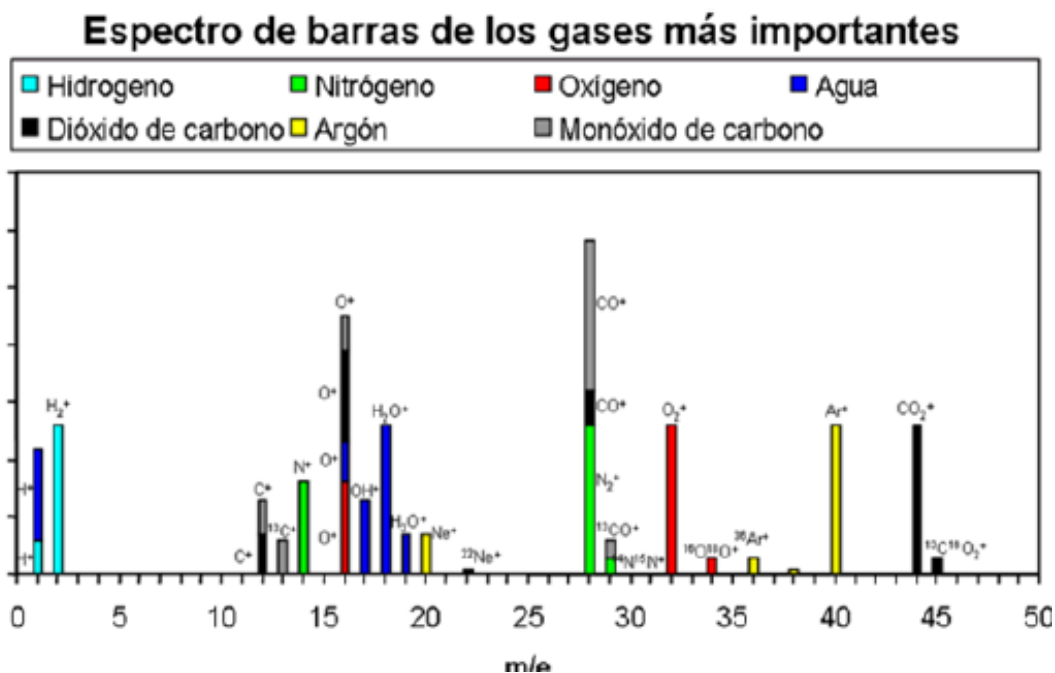


Fig 3. 27. Valores en el espectrómetro de masas de los gases más importantes.



3.3.3. Sistema de UHV (Ultra-High-Vacuum).

Para poder realizar experimentos relacionados con el estudio de la Emisión Secundaria de electrones en materiales, es necesario encontrarse en entornos lo más limpios de contaminación posible. Esto es debido a dos razones fundamentalmente:

- Para obtener unos resultados válidos en el estudio de determinación del coeficiente de Emisión Secundaria, es necesario poder asegurar que el haz de electrones procedente del cañón llega en su totalidad a la muestra. Para ello es necesario estar en vacío, debido a que en un entorno en condiciones de presión atmosféricas, los electrones procedentes del haz, interactuarían con las diversas partículas de las cuales está compuesto el aire, desviando muchos de estos. Así pues, si nos encontramos en un entorno donde apenas hay partículas, las probabilidades de que éstas puedan interferir con nuestro experimento se reducen.
- Además de asegurar que el haz de electrones llegue sin sufrir ningún tipo de interacción con el entorno que le rodea, al ser la Emisión Secundaria una técnica de caracterización superficial, es decir, proporciona información sobre las primeras capas atómicas del material sobre el que estamos trabajando, también es necesario que la superficie sobre la que estamos incidiendo los electrones esté lo más limpia posible, ya que si no los electrones penetrarían primero a través de esa “suciedad” antes de alcanzar la superficie del material, interactuando con esta y alternando la respuesta respecto a las del material “limpio”. Por ello, esta es otra de las razones por la que se trabaja en cámaras de vacío, como la muestra se halla en un entorno en el que prácticamente no hay partículas, las posibilidades de que éstas se depositen sobre el material son bajas y les llevaría mucho tiempo en crear una monocapa (superficie contaminada) de material extraño respecto la que nos interesa caracterizar. Este tiempo es conocido como el tiempo de formación de una monocapa y como se muestra en la figura 3.28 este es inversamente proporcional a la presión residual del sistema o nivel de vacío residual, por ejemplo, al nivel de vacío en que realizamos nuestros experimentos del orden de 10^{-8} Torr el tiempo de formación de una monocapa es del orden de 4-6 horas.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

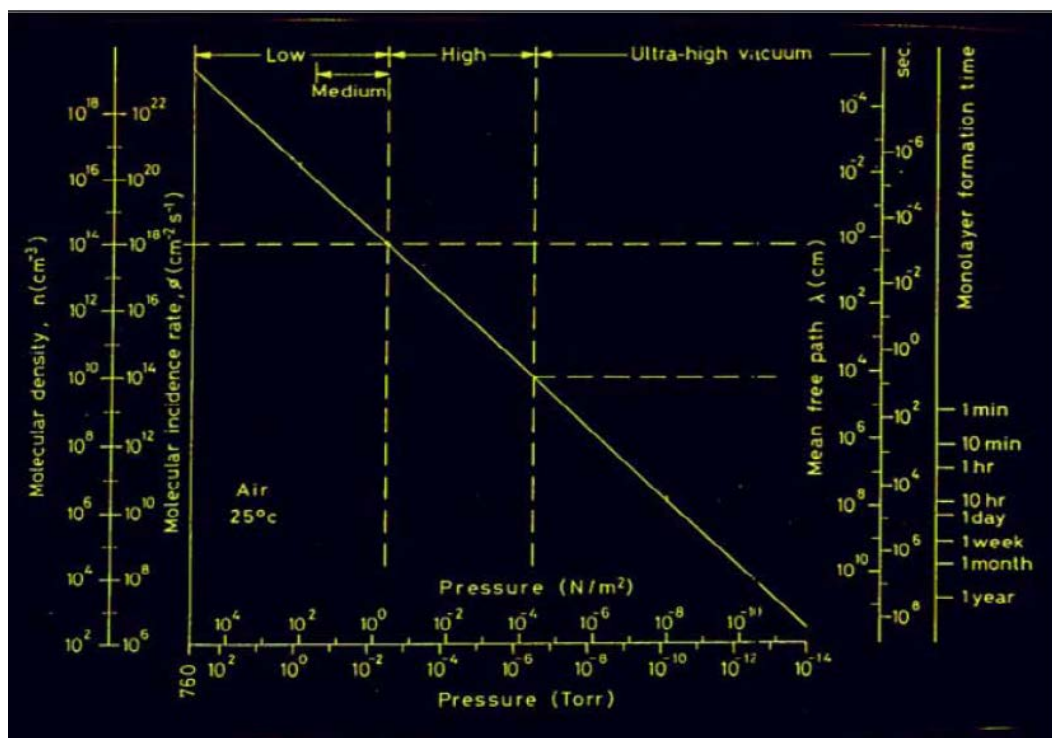


Fig 3. 28. Gráfica del tiempo de formación de una monocapa en función de la presión.

3.3.3.1. Descripción del Sistema UHV usado.

El sistema de UHV al que incorporamos la técnica para el estudio de la Emisión Secundaria en materiales se encuentra en laboratorio de investigación del Departamento de Física. La disposición de los componentes que forman el del sistema y que fueron descritos anteriormente se muestra en las figuras 3.29, 3.30 y 3.31.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

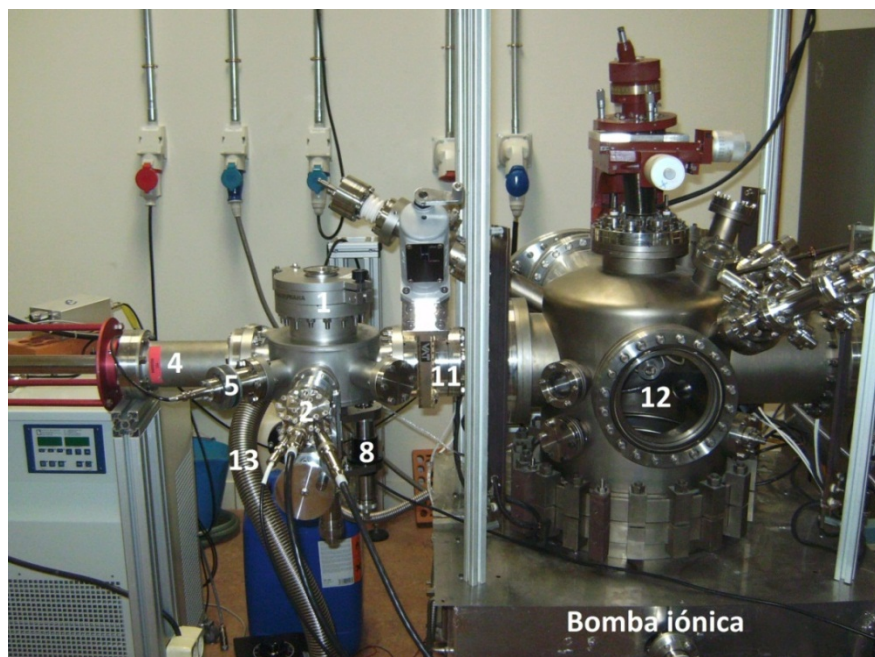


Fig 3. 29. Disposición de los componentes alrededor de la cámara de vacío (I). 4) Barra trasladadora de muestras, 5) Inverted Magnetron, 8) Manipulador del porta muestras, 11) Válvula de guillotina, 12) Bayard-Alpert, 13) Conexión con bomba turbomolecular.

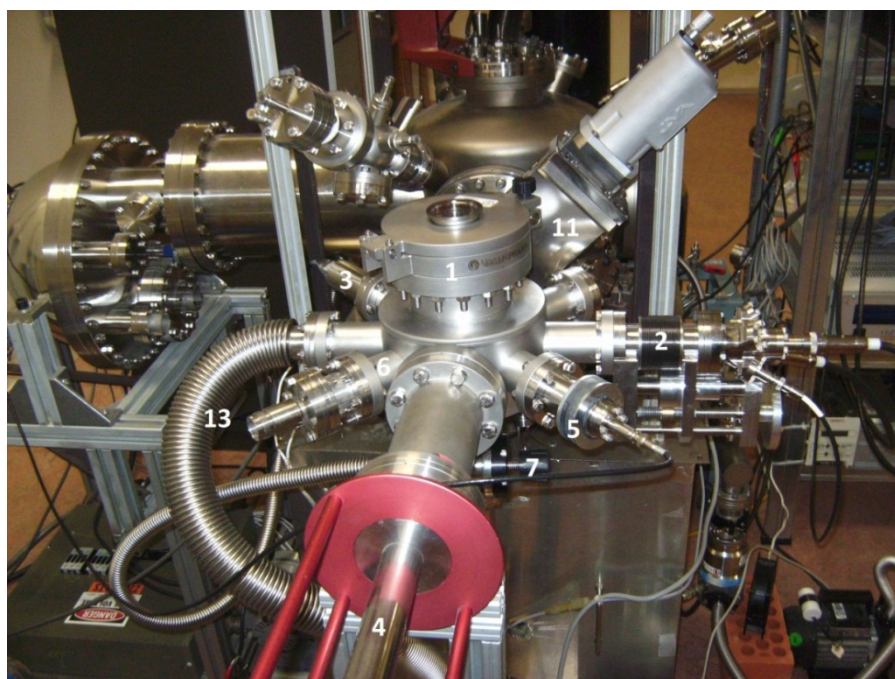


Fig 3. 30. Disposición de los componentes alrededor de la cámara de vacío (II). 1) Pre-cámara de vacío, 2) cañón de electrones, 3) Sensor 972B DualMag, 5) Inverted Magnetron, 6) entrada cañón de iones, 7) válvula para introducción de nitrógeno, 11) Válvula de guillotina, 13) Conexión con bomba turbomolecular.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.



*Fig 3. 31. Disposición de los componentes alrededor de la cámara de vacío (III).
7) válvula para introducción de nitrógeno, 8) Manipulador del porta muestras, 9) salida coaxial, 10) Pasamuros*

1. **Pre-cámara de vacío.**
2. **Cañón de Electrones modelo ELG-2B-5352**
3. **Sensor 972B DualMag:** mide la presión en el interior de la pre-cámara.
4. **Barra trasladadora de muestras:** es usado para desplazar el portamuestras, que se encuentra dentro de la cámara de vacío, hacia la cámara adyacente con el objetivo de realizar otro tipo de experimentos. No usada en nuestro proyecto.
5. **Sensor de cátodo frío Inverted Magnetron:** es usado para medir el nivel de presión dentro de la pre-cámara y, además, nos permite comparar el valor obtenido en este sensor con el obtenido en el DualMag y así comprobar el correcto funcionamiento de ambos.
6. **Entrada para la conexión de un cañón de iones:** La instalación de un cañón de iones es útil para una limpieza in-situ en condiciones de vacío antes de la muestra antes del estudio de su superficie.
7. **Entrada de gas para romper el vacío:** es usada para introducir nitrógeno mediante una válvula, la cual permite el paso de este para romper el vacío de la cámara cuando se quiere extraer las muestras, puesto que el nitrógeno es un gas noble, no reacciona con la cámara como podría ocurrir con el aire atmosférico.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

8. **Manipulador para el giro y la translación del porta muestras:** es usado para el producir un movimiento vertical del porta muestras, permitiéndonos analizar varias muestras a la vez o distintas regiones de una misma muestra.
9. **Salida coaxial (pasamuros):** conector coaxial para la sonda (cable RS-232) entre la muestra y el picoamperímetro que permite leer la corriente que circula por ésta.
10. **Pasamuros de cuatro contactos:** Entradas y salidas eléctricas a través de las cuales se puede conectar un termopar para la medida de la temperatura en la muestra y una resistencia que permite el calentamiento de esta. No usada en este proyecto.
11. **Válvula de guillotina:** Permite realizar la conexión con la cámara de ultra-alto vacío: Esta conexión se realiza por varias razones:
 - La bomba iónica se encuentra debajo de esta cámara por lo que necesitamos conectarlas para poder obtener los niveles de vacío necesarios para poder realizar las medidas.
 - Mediante la barra trasladadora podemos mover la muestra de una cámara a otra, ya que esta cámara está equipada con un instrumental específico para realizar otro tipo de estudios en vacío.
 - El espectrómetro de masas (cuadrupolo) también se encuentra en esta cámara.
12. **Sensor de Presión Bayard-Alpert:** Este sensor se encuentra dentro de la cámara de ultra-alto-vacío para el control de la presión de esta.
13. **Conexión con la bomba turbomolecular para la extracción de gases:** es usada para la extracción de los gases presentes en la pre-cámara de vacío, la bomba turbomolecular está a su vez conectada a la bomba rotatoria. Estas bombas se pueden aislar de la cámara mediante el uso de una válvula.

Puesto que las corrientes que circulan por la muestra son muy pequeñas, del orden de 10^{-9} A, toda la instrumentación usada junto con las cámaras de ultra alto vacío se conectan a un aterramiento común, con el objetivo de reducir las posibles resistencias parásitas que puedan aparecer en el sistema.

3.4. Instrumentación y control del cañón de electrones.

En este apartado se describe la instrumentación necesaria para el control del cañón de electrones y los instrumentos usados para recepción y almacenamiento de los valores de corriente que proceden de la muestra cuando esta es bombardeada con el haz de electrones.

3.4.1. Instrumento de medida de Corriente Continua. Requerimientos básicos de una medida.

Por definición, un sistema de medida necesita como mínimo de dos partes para poder ser considerado como tal: un dispositivo bajo test a analizar (DUT) y un dispositivo o instrumento que realice la medición, tal y como se muestra en la figura 3.32:

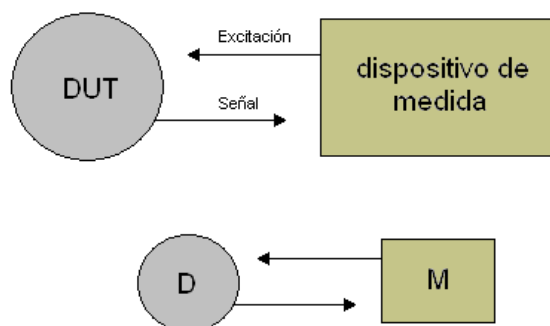


Fig 3. 32. Sistema simplificado de un sistema de medida.

Este proceso de medida incluye la conversión de los valores analógicos, procedentes del sensor, a valores digitales, siendo esta conversión inherente a cada medida digital.

El voltaje en DC (Corriente Continua), la corriente en DC, y la resistencia son magnitudes eléctricas que a menudo podemos medir con un simple multímetro digital. Pero, en ocasiones, estos aparatos no se encuentran dentro de los límites teóricos de la medida eléctrica, por lo que a veces no se pueden medir correctamente y, para señales de bajo nivel, necesitamos instrumentos más sensibles como electrómetros, picoamperímetros y nanovoltímetros.

Es importante conocer cuáles son los límites teóricos de la señal que deseamos medir, para poder así emplear el dispositivo o instrumento que más se adecúe a las características de la medida.

El límite teórico de sensibilidad en una medida está determinado por el ruido térmico generado por las resistencias que presenta el circuito. La figura 3.33 muestra

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

los límites teóricos de medida de tensión para una temperatura ambiente de 27 °C, con un tiempo de respuesta de 0,1 segundos a 10 segundos.

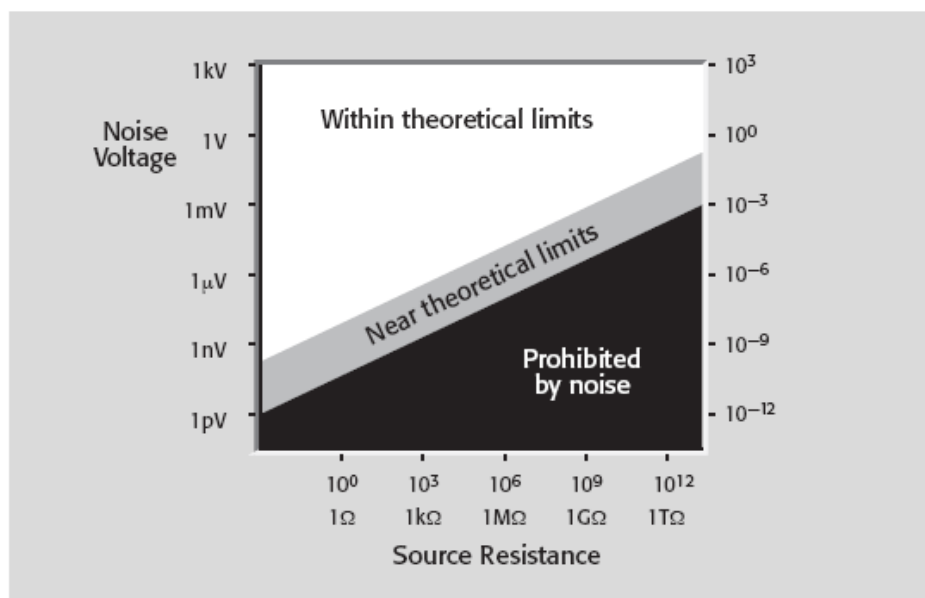


Fig 3. 33. Límites teóricos en la medida de tensión.

3.4.2. Picoamperímetro Keithley 6487.

El picoamperímetro Keithley modelo 6487 (figura 3.34 y 3.35) es usado en nuestro proyecto para medir las corrientes procedentes de la muestra que se encuentra en la pre-cámara de vacío. Además de medir estas corrientes, también podemos configurar su fuente interna de voltaje, para polarizar la muestra con los valores de voltaje necesarios que nos permitan modificar la corriente que circulan por la misma y con ello obtener su coeficiente de Emisión Secundaria.

Este picoamperímetro dispone de un bus programable IEEE-488, para su control por medio de una interfaz GPIB. El rango de corriente accesible por este modelo está entre 20 mA y 2 nA, con una resolución que también varía desde 100 nA hasta 1 fA. La fuente de voltaje integrada es capaz de suministrar un voltaje en DC de ± 500 V.

Dado el nivel complejidad de este instrumento solo describiremos aquellos elementos básicos que nos ayuden a tender su funcionamiento en este proyecto.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

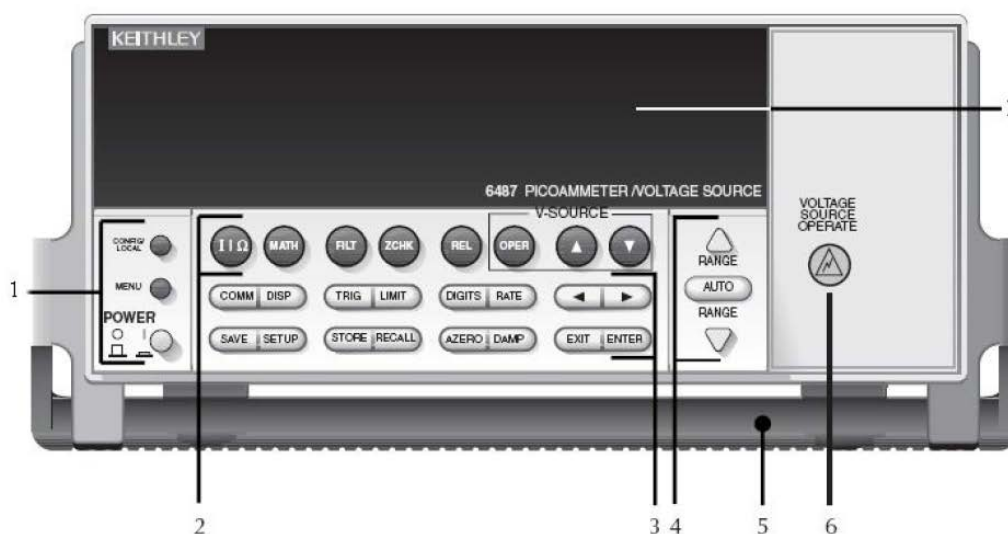


Fig 3. 34. Panel delantero del picoamperímetro Keithley 6487.

En el panel delantero posee varios controles que están divididos en varios grupos:

1. **Special keys and power switch:** destaca el botón de encendido y de config, este nos permite configurar las propiedades del siguiente botón pulsado.
2. **Function keys:** permiten configurar entre mediciones de resistencia o corriente, activar el Filtering, controlar la fuente, etc.
3. **Operation keys:** permiten el control del bus de comunicación GPIB o RS232, la resolución de la pantalla, el rango de medida, etc.
4. **Range keys:** permiten ajustar el rango máximo y mínimo de la siguiente medida, también es posible configurarlo en modo automático.
5. **Handle:** permite el desplazamiento del picoamperímetro.
6. **Voltage source operate:** se ilumina si la fuente está operativa.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

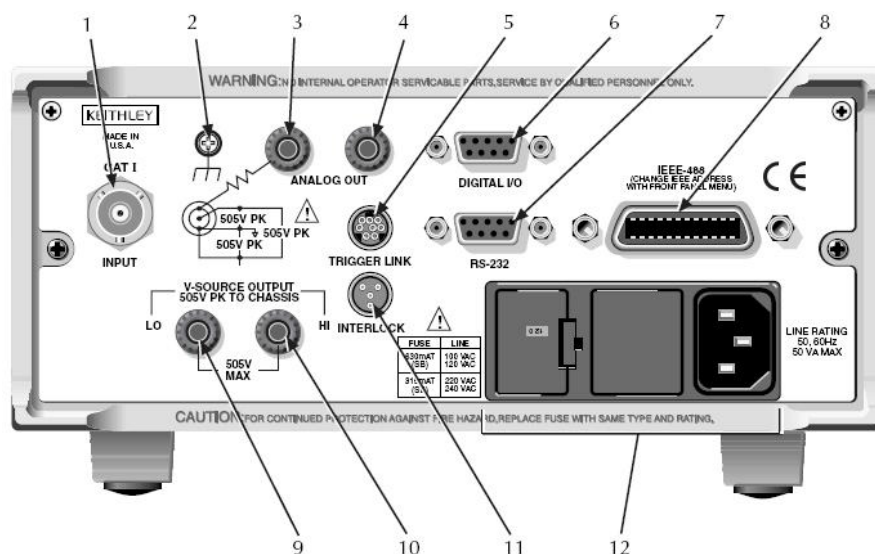


Fig 3. 35. Panel trasero del picoamperímetro Keithley 6487.

El panel trasero dispone de distintos conectores:

1. **Input:** conector coaxial de tres puntas donde se conecta la señal que debe medir el picoamperímetro.
2. **Chassis:** conecta la carcasa a tierra
3. **Common:** conector que puede ser usado como entrada LO, modo común para Analog Out, o como toma de tierra.
4. **Analog Out:** conector de salida analógica.
5. **Trigger Link:** conector de 8 pines micro-DIN que envía y recibe pulsos trigger entre instrumentos conectados.
6. **Digital I/O:** Conector DB-9 para entradas y salidas digitales.
7. **Bus RS-232:** Conector DB-9 para control del mediante el bus RS-232.
8. **Bus IEEE-488:** Conector para operaciones con este tipo de bus.
9. **V-Source Output LO:** conector banana que corresponde a la entrada LO de la fuente de voltaje
10. **V-Source Output HI:** conector banana que corresponde con la entrada HI de la fuente de voltaje.
11. **Interlock:** conector de bloqueo para altas tensiones de la fuente de voltaje.
12. **Power Module:** conector que corresponde a la entrada de alimentación del picoamperímetro.

3.4.3. Comunicación por medio de la interfaz GPIB.

El picoamperímetro Keithley 6487 puede funcionar en modo remoto por medio del conector de bus IEEE-488 del que dispone en su panel trasero. Para ello usamos una tarjeta GPIB-USB-HS de National Instruments mostrado en la figura 3.36, que permite una comunicación picoamperímetro-PC a través de una salida USB. El PC dispone de un software específico desarrollado en la plataforma LabVIEW que permite leer y almacenar los valores medidos por el picoamperímetro y configurar su fuente interna de voltaje, el cual será descrito en el apartado 3.5.1.



Fig 3. 36. Tarjeta GPIB-USB-HS.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Las especificaciones físicas de la tarjeta se muestran en la tabla 3.7:

<i>General</i>	
Formato Físico	USB
Soporte para SO	Windows Linux
Compatibilidad con Estándar GPIB	IEEE 488 IEEE 488.1 IEEE 488.2 HS488
Analizador GPIB Interno	No
Chip ASIC interno de GPIB	TNT5004
Soporte para LabVIEW® RT	No
<i>Información del Puerto</i>	
Número de Puertos	1
Máxima Razón de Transferencia (IEEE 488.1)	1.8 MB/s (IEEE 488.1)
Máxima Razón de Transferencia (HS488)	7.2 MB/s (HS488)
Tamaño de Búfer FIFO de E/S	32 B 64 B
Máximas Conexiones de Dispositivos / Puerto	14
Longitud Máxima del Cable	4 m

Tabla 3. 7. Especificaciones físicas de la tarjeta GPIB-USB-HS de National Instruments.

3.4.4. Tarjeta DAQ. PCI-6024E.

La tarjeta de adquisición de datos PCI-6024E(figura 3.37) dispone de 16 entradas y 2 salidas analógicas con una resolución de 16 bits, además de 8 entradas/salidas digitales de 24 bits cada una, se conecta al PC por medio de un bus PCI y es usada para el control remoto de la fuente de alimentación del cañón de electrones.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.



Fig 3. 37. Tarjeta de adquisición de datos PCI-6024E.

La tarjeta de adquisición de datos, PCI-6024E se conecta por medio de un bus de datos tipo R6868 Ribbon (figura 3.39), que posee un conector macho SCSI de 68 pines a una placa de conexión modelo CB-68LP (figura 3.38). Permitiendo así un acceso individual a cada uno de los pines de entrada y salida de la DAQ.



Fig 3. 38. Placa de conexión CB-68LP.



Fig 3. 39. Cable R6868 Ribbon I/O.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

En la figura 3.40 se muestra la asignación de pines de la tarjeta PCI-6024E con la placa CB-68LP, donde aparece indicado a que corresponde cada pin.

ACH8	34	68	ACH0
ACH1	33	67	AIGND
AIGND	32	66	ACH9
ACH10	31	65	ACH2
ACH3	30	64	AIGND
AIGND	29	63	ACH11
ACH4	28	62	AISENSE
AIGND	27	61	ACH12
ACH13	26	60	ACH5
ACH6	25	59	AIGND
AIGND	24	58	ACH14
ACH15	23	57	ACH7
DAC0OUT ¹	22	56	AIGND
DAC1OUT ¹	21	55	AOGND
RESERVED	20	54	AOGND
DIO4	19	53	DGND
DGND	18	52	DIO0
DIO1	17	51	DIO5
DIO6	16	50	DGND
DGND	15	49	DIO2
+5 V	14	48	DIO7
DGND	13	47	DIO3
DGND	12	46	SCANCLK
PFI0/TRIG1	11	45	EXTSTROBE*
PFI1/TRIG2	10	44	DGND
DGND	9	43	PFI2/CONVERT*
+5 V	8	42	PFI3/GPCTR1_SOURCE
DGND	7	41	PFI4/GPCTR1_GATE
PFI5/UPDATE*	6	40	GPCTR1_OUT
PFI6/WFTRIG	5	39	DGND
DGND	4	38	PFI7/STARTSCAN
PFI9/GPCTR0_GATE	3	37	PFI8/GPCTR0_SOURCE
GPCTR0_OUT	2	36	DGND
FREQ_OUT	1	35	DGND

¹ Not available on the 6023E

Fig 3. 40. Asignación de pines de la tarjeta PCI-6024E con la placa CB-68LP.

3.4.5.Fuente de alimentación del cañón de electrones “EGPS-2B-670”.

La fuente de alimentación EGPS-2B-670 contiene un conjunto de sub-fuentes que suministran los potenciales a los elementos (ánodo, filamento, placas deflectoras, rejillas, etc) del cañón de electrones ELG-2B-5352 para su correcto funcionamiento.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Esta fuente permite un control manual de todas las sub-fuentes del cañón, o un control remoto a través de unos conectores ubicados en su panel trasero.



Fig 3. 41. Cañón de electrones ELG-2B-5352 con la fuente de alimentación EGPS-2B-670.

Las especificaciones de la fuente de alimentación EGPS-2B-670 son mostradas en la tabla 3.8:

Fuente de Alimentación EGPS-2B-670	
Salidas	Todas las tensiones necesarias para el control el cañón de electrones.
Estabilidad de la energía	$\pm 0,01$ % por hora $\pm 0,02\%$ por 8 horas con las salidas completas.
Estabilidad del haz	$\pm 1\%$ por hora con el control de emisión de corriente $\pm 10\%$ por hora después de calentar sin el control de emisión de corriente.
Controles	Energía, Focus, G-2, G-1, Fuente, ECC (Emission Current Control), Deflexión X e Y.
Control Remoto mediante PC	Todas las fuentes de alimentación (excepto deflexión): 0 a +10 V. Fuente de alimentaciones de la deflexión: -10 a 10 V.
Medidor	Digital: Energía, Focus, Deflexión X e Y. Analógico: Emisión, G-2, G-1, fuente de Voltaje y Amperios.
Entrada	105 a 125 VAC cambiable a 210 a 240 VAC, 47 a 63 Hz, 100 W.
Dimensiones (ancho, altura, profundidad)	432 mm x 178 mm x 432 mm.

Tabla 3. 8. Tabla de especificaciones técnicas de la fuente de alimentación EGPS-2B-670.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Las figuras 3.42 y 3.43 corresponden con el panel frontal y trasero de la fuente de alimentación:

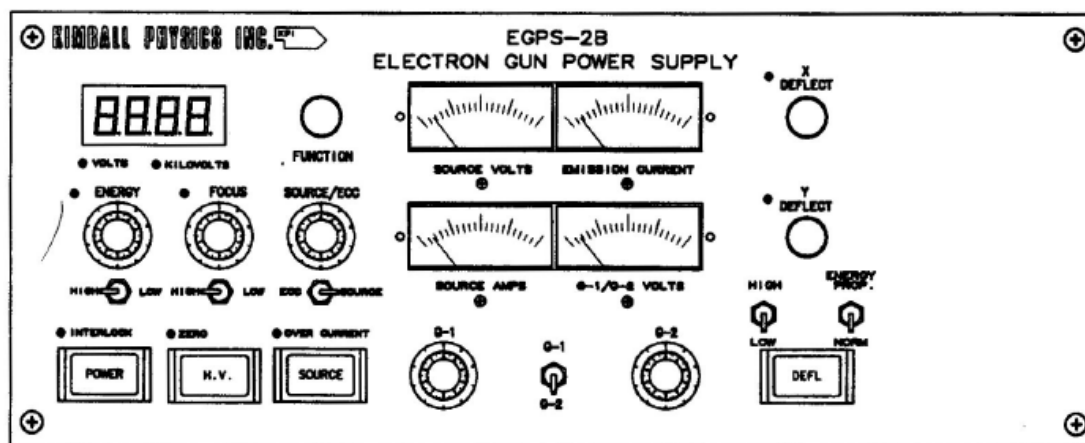


Fig 3. 42. Panel frontal de la fuente de alimentación EGPS-2B-670.

El panel frontal posee los siguientes controles:

- **Power Switch:** Permite el cambio entre 115/230 VAC o 24 VDC
- **Interlock LED:** se ilumina cuando hay un mal ajuste del sistema. Es necesario apagar y corregir el error para que éste se apague.
- **High Voltaje Switch:** Interruptor que habilita la alta tensión y la fuente del focus
- **Zero LED:** se ilumina cuando el botón H.V. está sin pulsar y el control de energía está activo. Para eliminar esta luz es necesario que cuando se pulse H.V. la energía en el potenciómetro este a 0.
- **Energy control:** Potenciómetro que controla la energía del cañón.
- **Range Switch (Energy):** permite seleccionar el rango de energía, LOW (0 V – 100 V) y HIGH (0 V – 1000 V).
- **Digital Meter:** Display que puede mostrar tanto el valor de Energía, Focus, Deflexión-X o Y.
- **Funtion Switch:** Permite seleccionar el valor del control que deseamos ver.
- **Focus Control:** Potenciómetro para el control del valor del Focus.
- **Range Switch (Focus):** Permite el control del rango del focus, LOW (0 V – 100 V) y HIGH (0 V – 1000 V).

- **Source Switch:** Habilita la fuente que calienta el cátodo.
- **Overcurrent LED:** iluminándose nos indica que la corriente que circula por la fuente que controla el cátodo es superior a la recomendada.
- **Source/ECC Control:** Permite el control de la fuente que alimenta el cátodo.
- **ECC/Source Switch:** Permite alternar entre estos dos modos de control. ECC: Permite al usuario fijar y mantener la corriente de emisión deseada sin necesidad de potenciómetro. Source: Permite fijar el voltaje de la fuente directamente con el potenciómetro.
- **G-1Control:** Potenciómetro que controla el voltaje de la rejilla (G-1), su rango es de 0 V hasta -25 V.
- **G-2 Control:** Potenciómetro que controla el voltaje del ánodo (G-2), su rango es de 0 V hasta 100 V.
- **G1/G2 Toggle Switch:** Permite ver en el display analógico el voltaje de G1 o G2.
- **Source Voltage Meter:** display analógico de 0 V a 2 V, que marca la tensión del filamento.
- **Source Amp Meter:** display analógico de 0 A a 2 A, que marca la corriente del filamento.
- **Emission Current Meter:** display analógico de 0 A a 20 μ A, que muestra la corriente emitida por el cátodo.
- **G1/G2 Voltage Meter:** display analógico de 0 V a 100V que marca la tensión de G1 o G2.

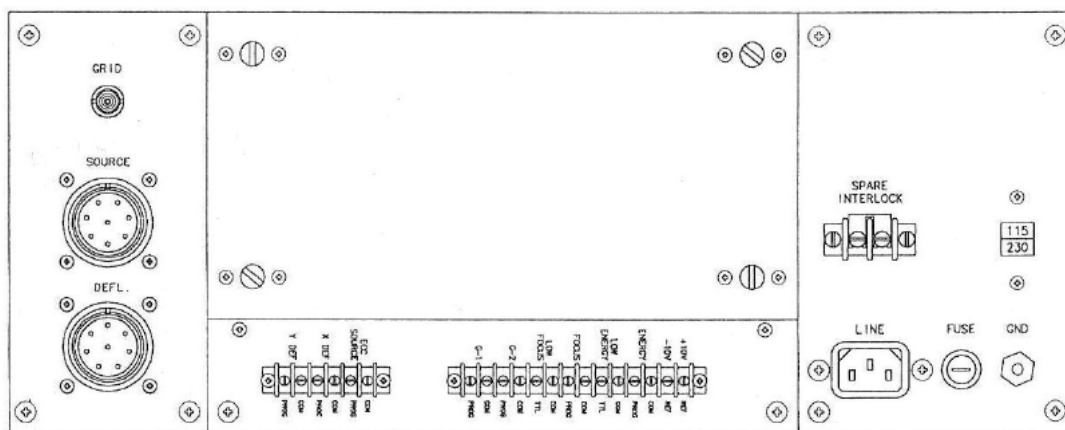


Fig 3. 43. Panel trasero de la fuente de alimentación EGPS-2B-670. Compuesto de cuatro módulos; de izquierda a derecha; módulo de conexión con el cañón de electrones, modulo central superior de acceso a la circuitería interior, modulo central inferior con conectores de acceso para el control remoto de la fuente y modulo derecho de potencia o alimentación de la fuente.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

En el panel trasero (figura 3.43) se encuentran los conectores exteriores que nos permiten realizar un control remoto de varias de las funciones a las que se accede de forma manual desde el panel delantero así como las conexiones del cañón de electrones con la fuente.

Las tres conexiones (Grid, Source y Delf) ubicadas en el primer módulo de la izquierda son utilizadas para conectar la fuente con el cañón de electrones como se muestra en el esquema de la figura 3.44. En particular estas salidas son las encargadas de:

- **Grid:** Se conecta al cañón mediante un cable coaxial. Ajusta la tensión de la rejilla (G-1) de 0 a -25 V.
- **Source:** Aporta la tensión que calienta el filamento, además de la tensión que controla el Focus. También se encarga de ajustar la tensión del ánodo (G-2) de 0 a $+100$ V. Se conecta al cañón con un cable Multiconductor de Alto Voltaje.
- **DELF:** Controla la tensión de la Deflexión. No se utiliza en nuestro proyecto.

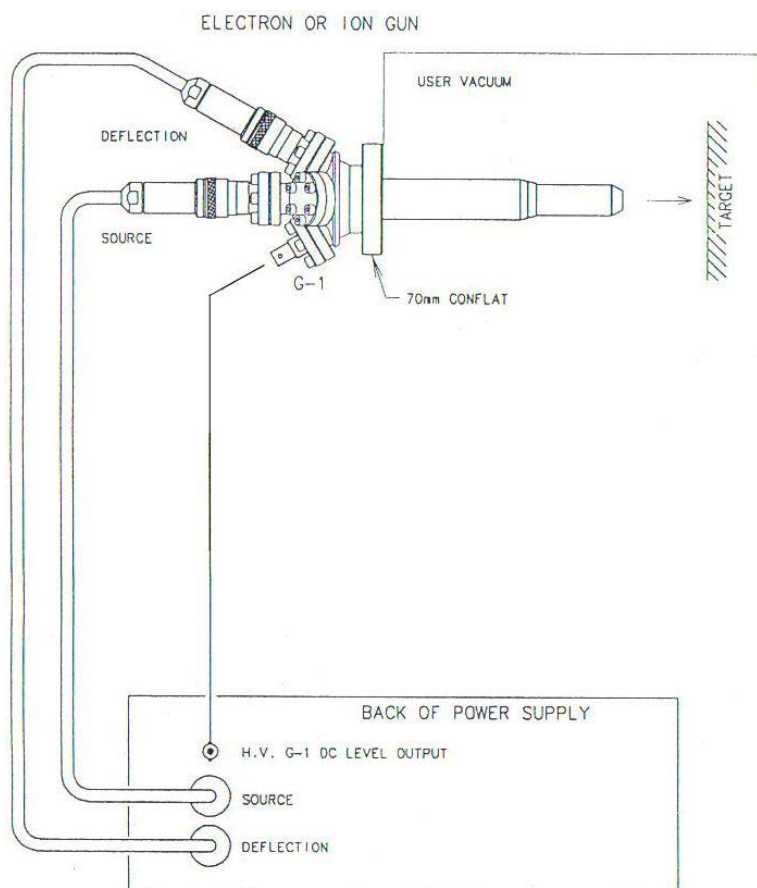


Fig 3. 44. Esquema de las conexiones realizadas entre el cañón de electrones ELG-2B-5352 y la fuente de alimentación EGPS-2B-670.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Para el control remoto de la energía y el Focus del haz de electrones se utilizan dos bloques: el bloque I al cual se accede a través de los conectores de tornillos ubicados en el módulo central inferior, y el bloque II al cual se accede a través del módulo central superior que da acceso a la circuitería interior figura (3.43) y a los interruptores de configuración de remoto-manual figura (3.45):

- **Remote Control Terminal Block:** son un conjunto de terminales de tornillo que permiten el control remoto de las sub-fuentes que tienen la fuente de alimentación EGPS-2B-670. Las sub-fuentes que podemos controlar son la de Energía, Focus, G1, G2, la fuente del cátodo y las de Deflexión en X y en Y. Son entradas analógicas.
- **Local/Remote Control Switches:** son interruptores que permiten habilitar o deshabilitar el control remoto de las fuentes, si se encuentran desplazados hacia la derecha, significa que está activado el modo remoto, mientras que si se hallan desplazados a la izquierda, el control de las fuentes se mantiene en modo manual.

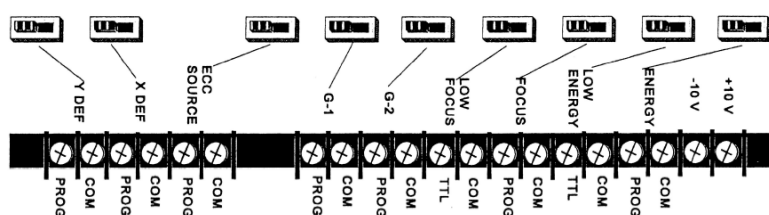


Fig 3. 45. Esquemático de los controles para el manejo remoto de las fuentes de la fuente de alimentación EGPS-2B-670.

Para el control de la Energía y del Focus en modo remoto, los interruptores etiquetados con Energy y Focus (figura 3.45) deben estar desplazados hacia la derecha y sus entradas (conectores de tornillo) deben estar conectadas a las salidas correspondientes de la Placa de conexión CB-68LP como se muestra en la figura 3.46.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

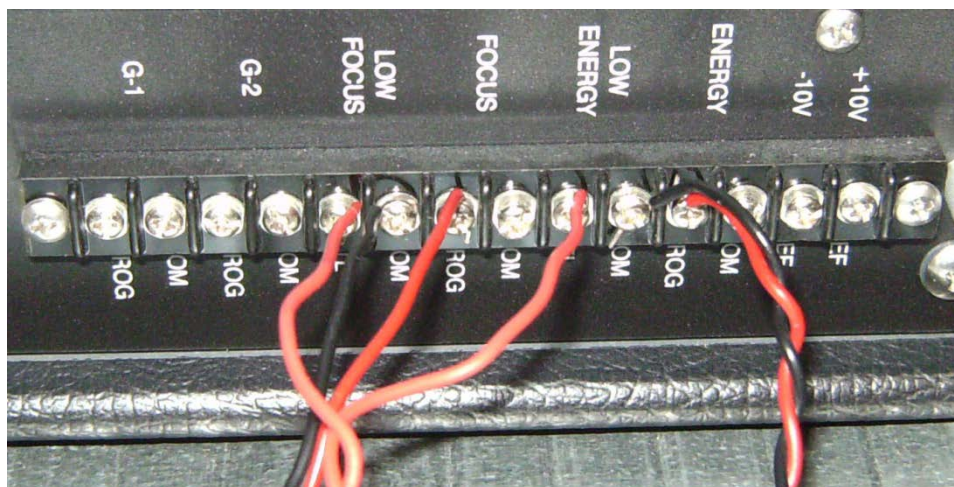


Fig 3. 46. Conexiones con el Panel trasero de la fuente de alimentación EGPS-2B-670, para la automatización del control de Energía y del Focus.

3.5. Descripción y funcionamiento del sistema automatizado para la medida de SEY.

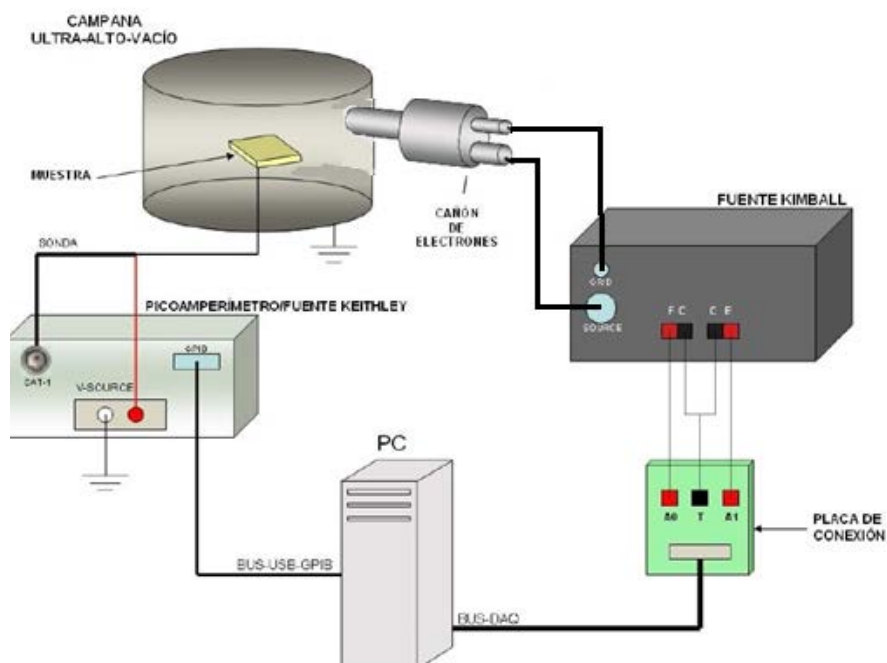


Fig 3. 47. Esquema de conexionado del PC con los demás instrumentos realizado en el proyecto.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

La figura 3.47 muestra un esquema de las conexiones que se realizan en el sistema. Los valores de Energía y Focus del cañón de electrones son controlados remotamente por medio de un software desarrollado en LabVIEW instalado en el PC, que usando la tarjeta de adquisición de datos PCI-6024 permite la conexión entre este y los terminales de tornillo de la fuente de alimentación EGPS-2B-670, por medio de la placa de conexión CB-68LP. En la conexión con la fuente se utilizan las salidas analógicas A0 y A1 de la placa de conexión CB-68LP para controlar las sub-fuentes de Energía y Focus, además se usan dos salidas digitales (D1 y D2) para activar el modo de barrido en baja o alta Energía o el modo de bajo y alto Focus.

Por estos terminales de tornillo que controlan las sub-fuentes de Energía y de Focus es necesario enviar una señal entre 0 V y 10 V, que será la encargada de establecer el valor de Energía y Focus que la fuente de alimentación envía al cañón.

Para activar el modo de funcionamiento del cañón de electrones de baja Energía o bajo Focus, se conectan los terminales TTL del panel trasero de la fuente de alimentación con las salidas digitales D1 y D2 de la placa de conexión CB-68LP y se introduce una señal de 5 V a través de estos terminales.

Por otro lado, para medir la corriente, procedente de la muestra disponemos de un cable apantallado que conecta la muestra a través de un pasamuros, con el picoamperímetro, que a su vez está conectado al PC por medio del bus PC-GPIB. Usando el mismo software desarrollado para el control del cañón podemos configurar el picoamperímetro para la medida de corriente y almacenar estos valores medidos en función de los valores de Energía y Focus seleccionados. Además, con este mismo software, podemos controlar la fuente del picoamperímetro que usamos para polarizar la muestra, usando también el bus GPIB. Los valores que se le pueden enviar a esta fuente van desde los -100 V hasta los 100 V.

A continuación presentamos de forma más exhaustiva como se realiza la conexión entre las diferentes partes del sistema explicando.

- **PC - DAQ:** la tarjeta de adquisición de datos PCI-6024E se encuentra instalada dentro del PC, para poder controlar todos sus pines es necesario conectarla a una placa de conexión CB-68LP con un conector SCSI macho, mediante un cable R6868 Ribbon I/O. En este proyecto necesitamos controlar 5 de los 68 pines que tenemos a nuestra disposición, dos salidas analógicas, dos salidas digitales y un pin correspondiente con la toma de tierra (figura 3.48). Los pines asignados a cada función son los siguientes:
 - La salida A0 (pin 22) corresponde al control de la sub-fuente de Focus.
 - La salida A1 (pin 21) corresponde al control de la sub-fuente de Energía.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

- La toma de tierra está asignada por defecto al pin 24.
- La salida D2 (pin 49) corresponde con el control del modo de funcionamiento Low Focus.
- La salida D1 (pin 17) corresponde con el control del modo de funcionamiento Low Energy.

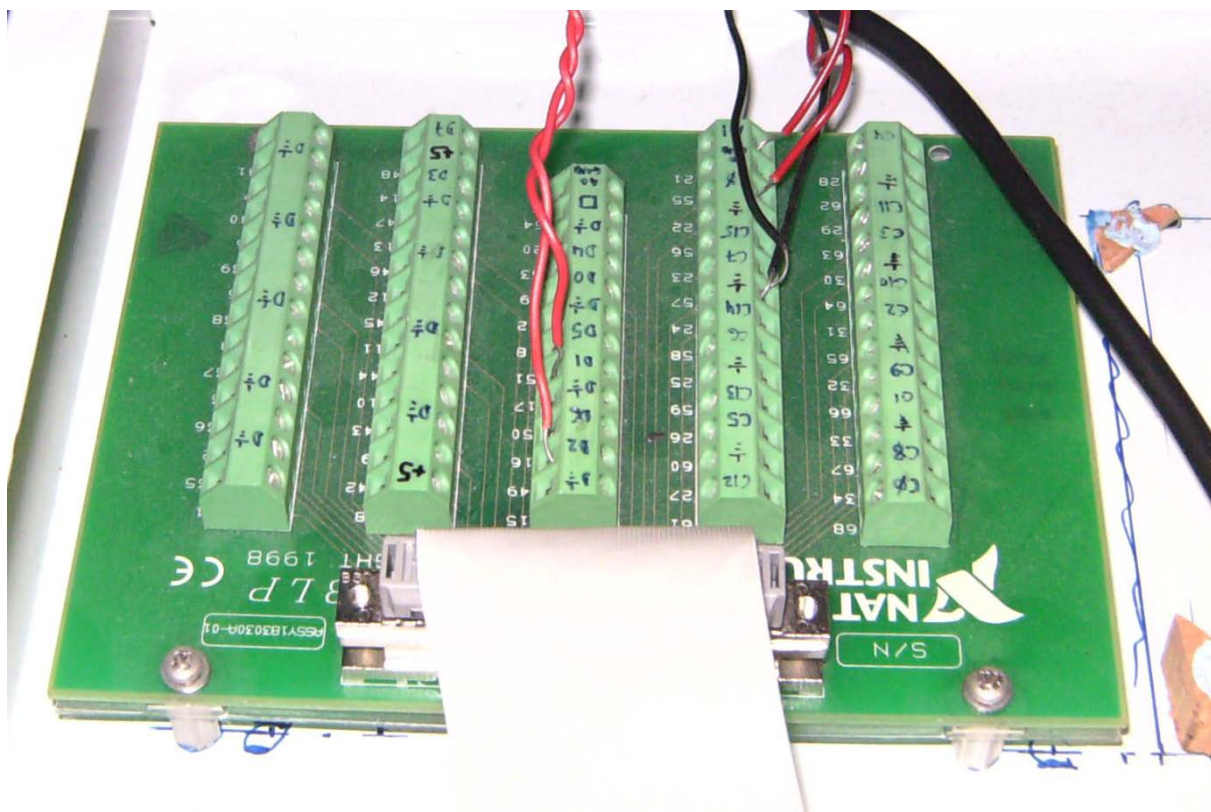


Fig 3. 48. Esquema de la placa CB-69LP con las conexiones.

- **DAQ - Fuente de alimentación:** Las salidas A0, A1, D2 y D1y el pin 24 de la placa de conexión se conectan a la fuente Kimball con cables a través de los terminales de tornillo que se encuentran en su panel trasero de la siguiente manera(figura 3.49):
 - La salida analógica A0 se conecta al terminal de tornillo PROG-FOCUS.
 - La salida analógica A1 se conecta al terminal de tornillo PROG-ENERGY.
 - El pin 24 (toma de tierra) se conecta con los terminales de tornillo COM-LOW ENERGY y COM-LOW FOCUS.
 - La salida digital D2 se conecta con el terminal de tornillo TTL-LOW FOCUS.
 - La salida digital D1 se conecta con el terminal de tornillo TTL-LOW ENERGY.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

Además de estas conexiones los interruptores de control de la fuente de Energía y la del Focus deben estar desplazados a la derecha para que funcionen en modo remoto, mientras que el resto deben permanecer desplazados a la izquierda.

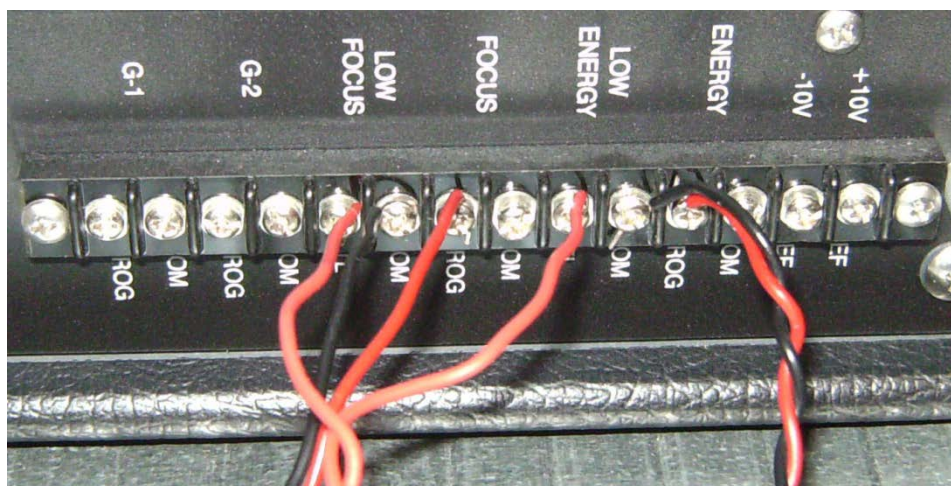


Fig 3. 49. Conexiones con el Panel trasero de la fuente de alimentación EGPS-2B-670 con la placa de conexión CB-69LP para el control de la sub-fuentes de Energía y de Focus.

- **Fuente de alimentación - Cañón de electrones:** estas conexiones ya fueron explicadas anteriormente (Apartado 3.4.5.).
- **Muestra – Picoamperímetro:** La muestra está conectada un pasamuros de la pre-cámara de vacío por medio de un cable recubierto de fibra de vidrio. El pasamuros posee una conexión externa donde se conecta una sonda. Esta sonda (figura 3.50) tiene dos terminales, uno rojo y otro negro (positivo y negativo respectivamente) el terminal negativo (negro) es conectado al negativo de la fuente de polarización del picoamperímetro y el positivo (rojo) es conectado a la entrada positiva de la sonda que el picoamperímetro tiene para medir corrientes, mientras que el negativo de dicha sonda va conectado al positivo de la fuente de polarización del picoamperímetro. De esta manera se consigue una conexión en serie de la muestra con la fuente de polarización mientras el picoamperímetro es capaz de leer la corriente que circula por la muestra (figura 2.13).

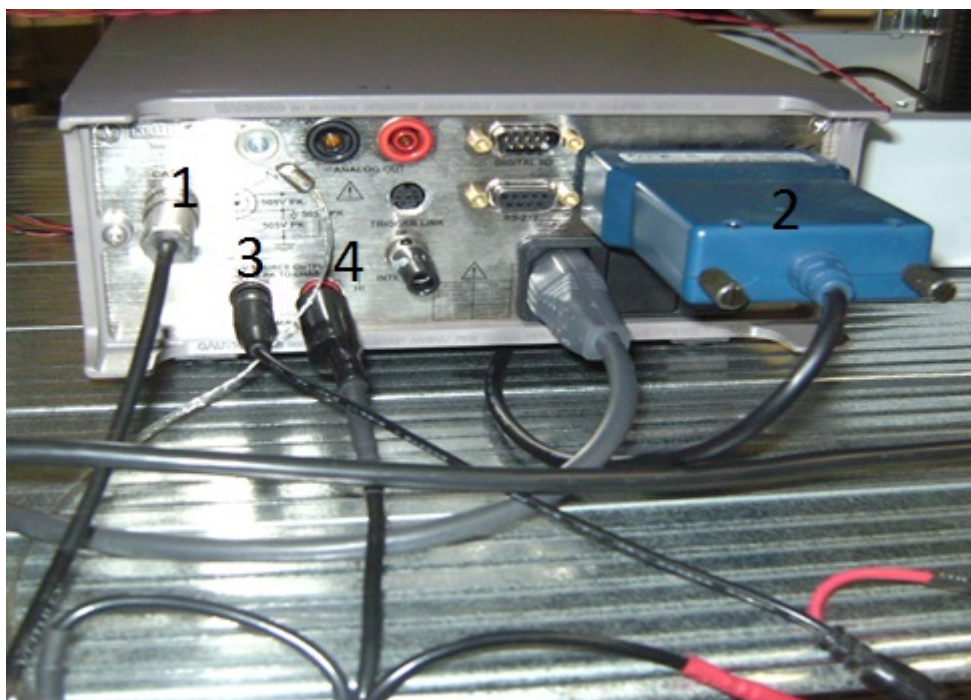


Fig 3. 50. Conexiones realizadas al picoamperímetro: 1. Conexión de la sonda de lectura, 2. Tarjeta GPIB-USB-HS, 3. Conexión a tierra de la fuente de polarización, 4. Conexión positiva de la fuente de polarización.

- **Picoamperímetro – PC:** el picoamperímetro se conecta con el PC mediante la tarjeta GPIB-USB-HS. Esta tarjeta está conectada al picoamperímetro por el puerto de conexión IEEE-488 y al PC por un puerto USB.

3.5.1. Software usado para la automatización del sistema en LabVIEW.

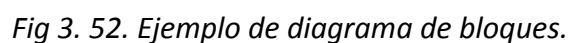
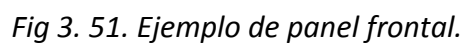
3.5.1.1. Introducción.

Para el desarrollo de la aplicación de control del cañón de electrones se utilizó la plataforma de software LabVIEW 8.1 de National Instruments.

LabVIEW es un entorno de programación gráfico que nos proporciona la flexibilidad y funcionalidad de C para procesar y enviar datos.

La aplicación que usamos consta de lo que se denominan Instrumentos Virtuales (VIs) que son similares a las funciones creadas con los lenguajes de

programación convencionales. Estos Vis tienen dos partes diferenciadas, una es un panel frontal en la cual el usuario puede interactuar con ella y la otra es un diagrama de bloques, la cual representa el código fuente.



3.5.1.2. Descripción de la aplicación.

La aplicación [3] consta de un panel frontal, como el que se muestra en la figura 3.53, el cual, nos permite seleccionar entre los 3 tipos de barridos que podemos realizar con el cañón de electrones. Cada tipo de barrido es una aplicación desarrollada independientemente por medio de Vis.



Fig 3. 53. Panel Principal de la aplicación.

Los tres barridos que podemos realizar con esta aplicación son los siguientes:

- **Barrido de energía con Spot mínimo:** Esta aplicación permite realizar un barrido de Energía para intervalos previamente definidos entre (0-1000) eV o en el rango de baja energía en intervalos entre (0-100) eV. También nos permite seleccionar el nivel de voltaje de polarización en la muestra ver figura 3.54. El Focus es ajustado automáticamente para conseguir un mínimo spot (aproximadamente 0.4 mm). El ajuste se realiza por medio de polinomios que ajustan el valor del Focus como una función de la energía del haz. El procedimiento seguido para el ajuste será expuesto en el apartado 4.1.2.
- **Barrido de Energía con Focus constante:** Esta aplicación, al igual que la anterior, es posible realizar un barrido de Energía para intervalos previamente definidos entre (5-1000) eV o en el rango de baja energía en intervalos entre (5-

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

100) eV. Pero en este caso el valor del Focus lo fija el usuario y es constante en todo el intervalo de energía barrido.

- **Barrido de la tensión del Focus con Energía constante:** Esta aplicación permite variar el voltaje del Focus de forma lineal, dentro de un rango que es posible de establecer, mientras se mantiene la Energía en un valor prefijado por el usuario.

3.5.1.2.1. Barrido de Energía con mínimo Spot.

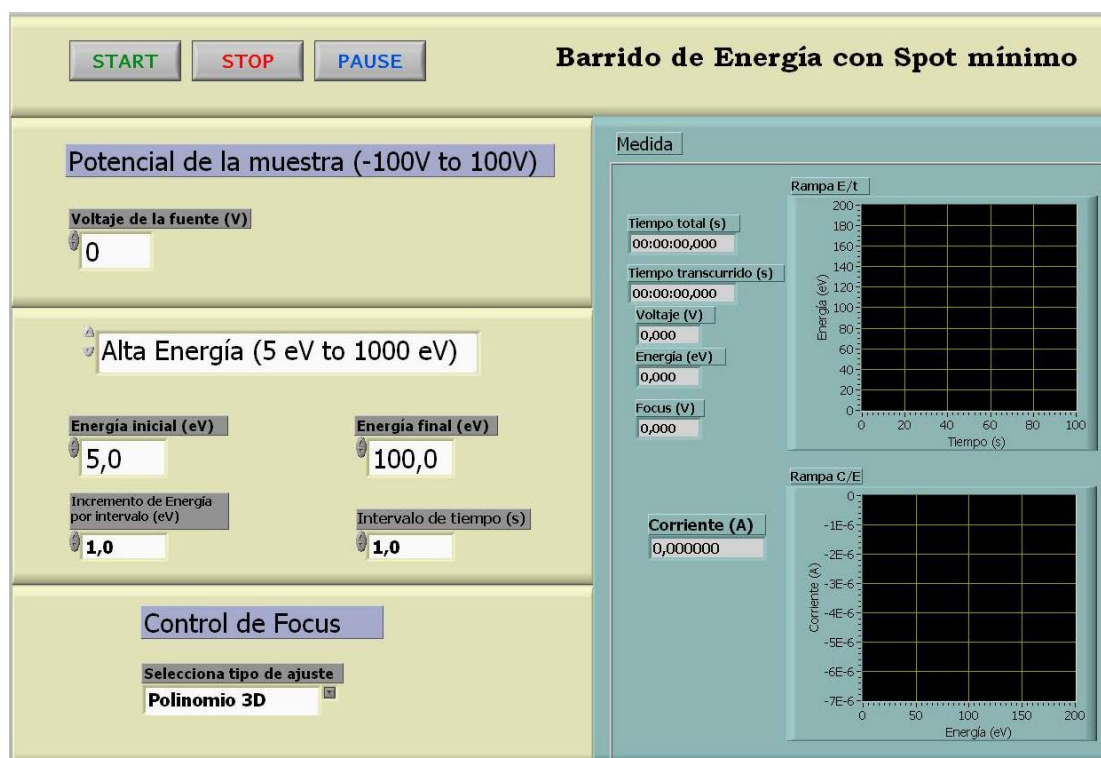


Fig 3. 54. Panel Frontal de la aplicación para el Barrido de Energía con mínimo Spot.

Como se observa en la figura 3.54 el panel frontal se encuentra dividido en dos partes. La parte izquierda está destinada a la interacción del usuario con el programa, mientras que la parte derecha está centrada en la presentación de los datos obtenidos.

A continuación, se detallará cómo se produce esta interacción con el usuario a través de la aplicación y cómo se realiza el proceso de medida, para ello se describen la utilidad de cada uno de los botones, controles (menús) y salidas de datos, disponibles en el panel frontal.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

- Botones de control del panel frontal de la aplicación del Barrido en Energía con Spot mínimo (figura 3.54):
 - **START:** Permite el comienzo de la aplicación con el ajustes que hemos seleccionado.



Fig 3. 55. Botón START.

- **STOP:** Cuando se pulsa este botón la aplicación se detiene inmediatamente y se reinician todas las variables.



Fig 3. 56. Botón STOP.

- **PAUSE:** Presionando este botón el programa queda congelado y es posible continuar su ejecución más adelante volviendo a presionarlo.



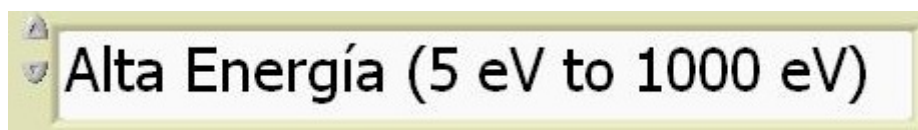
Fig 3. 57. Botón PAUSE.

- Controles de configuración de la medida en el panel frontal de la aplicación del Barrido de Energía con Spot mínimo (figura 3.54):

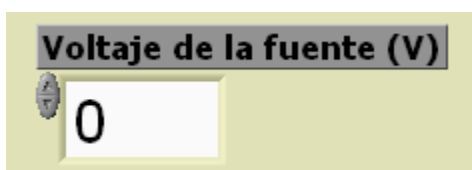
Los controles son los elementos del panel frontal que nos permiten introducir los parámetros necesarios que definen el barrido en energía y la focalización del haz de electrones.

- **Selección de barrido en alta o baja energía:** Parámetro que permite seleccionar si el barrido de energía se realiza en entre (5-100) eV o (5-1000) eV, permitiendo una mayor resolución en los análisis con baja energía.

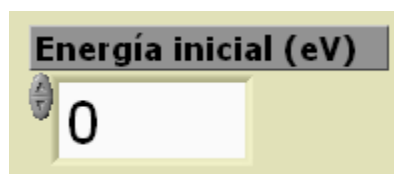
3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

*Fig 3. 58. Panel de Selección de Barrido.*

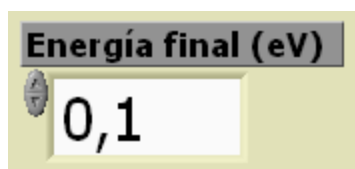
- **Voltaje de la fuente:** Es el potencial de polarización que aplicamos a la muestra respecto a la tierra del sistema. Viene dado en voltios y tiene un rango de -100 hasta 100 V.

*Fig 3. 59. Panel de control del Voltaje de la Fuente.*

- **Energía Inicial:** Fija el valor de energía en la cual el barrido dará comienzo. Viene dado en eV y su rango es desde 5 hasta 1000 eV en el caso del barrido en Alta Energía y de 5 hasta 100 eV en el caso del barrido de Baja Energía.

*Fig 3. 60. Panel de control de la Energía Inicial.*

- **Energía final:** Fija el valor de Energía en la cual el barrido finalizará. La unidad y el rango es el mismo que para la Energía Inicial.

*Fig 3. 61. Panel de control de la Energía Final.*

- **Incremento de Energía por intervalo:** Es el paso que realiza el barrido (salto de energía) entre el valor máximo y mínimo de Energía. Viene dado en eV.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

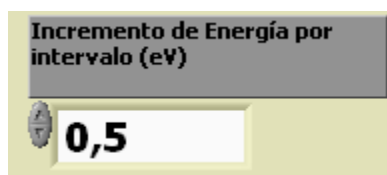


Fig 3. 62. Panel de control del Incremento de Energía.

- **Intervalo de tiempo:** Marca el tiempo que indicamos que transcurra entre incrementos del barrido de Energía. Viene dado en segundos y admite valores entre 0,1 y 1000 s.

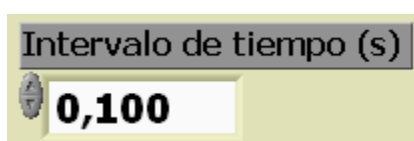


Fig 3. 63. Panel de control del Intervalo de Tiempo.

- **Tipo de ajuste:** Permite seleccionar el tipo de ajuste que deseamos para obtener el mínimo valor de Spot posible para una energía dada. Permite seleccionar dos ajustes: Polinomio 3D y Polinomio 7D.



Fig 3. 64. Panel de control del tipo de ajuste.

- Salida y presentación de datos en el panel frontal de la aplicación del Barrido de Energía con Spot mínimo (figura 3.54):

Se trata de los elementos ubicados en el lado derecho del panel frontal. Se encargan de mostrar los resultados obtenidos en los experimentos, además de los valores puntuales de los parámetros introducidos al cañón.

- **Tiempo total:** Muestra el tiempo total que tarda en realizarse el barrido.

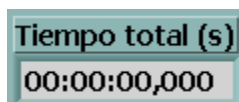


Fig 3. 65. Indicador de Tiempo Total.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

- **Tiempo transcurrido:** Indica el tiempo que ha pasado desde que se inició el barrido.

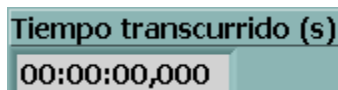


Fig 3. 66. Indicador de Tiempo Transcurrido.

- **Voltaje:** Este indicador marca el voltaje que la tarjeta de adquisición de datos envía a la fuente de Energía.

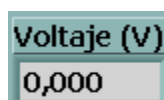


Fig 3. 67. Indicador del Voltaje.

- **Energía:** Muestra el valor de Energía del haz de electrones incidente a la que se hizo la última medida de corriente de la muestra.

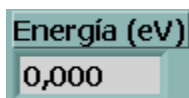


Fig 3. 68. Indicador de Energía.

- **Focus:** Indica el valor de voltaje asignado al Focus en la última medida de corriente.

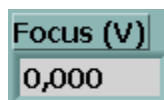


Fig 3. 69. Indicador de Focus.

- **Corriente:** Muestra el valor de la última medida de la intensidad que circula a través de la sonda.

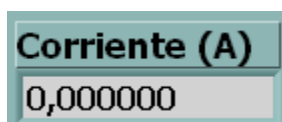


Fig 3. 70. Indicador de Corriente.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

- **Rampa E/t y Rampa C/E:** Representan gráficamente la Energía del haz de electrones (eV) respecto al tiempo (s) y la corriente medida en la muestra (A) en función de la Energía de haz incidente (eV) como se muestra en la figura 3.71.

Al empezar el barrido, en el programa aparece una opción de guardar los datos que recibe del picoamperímetro en un archivo .txt.

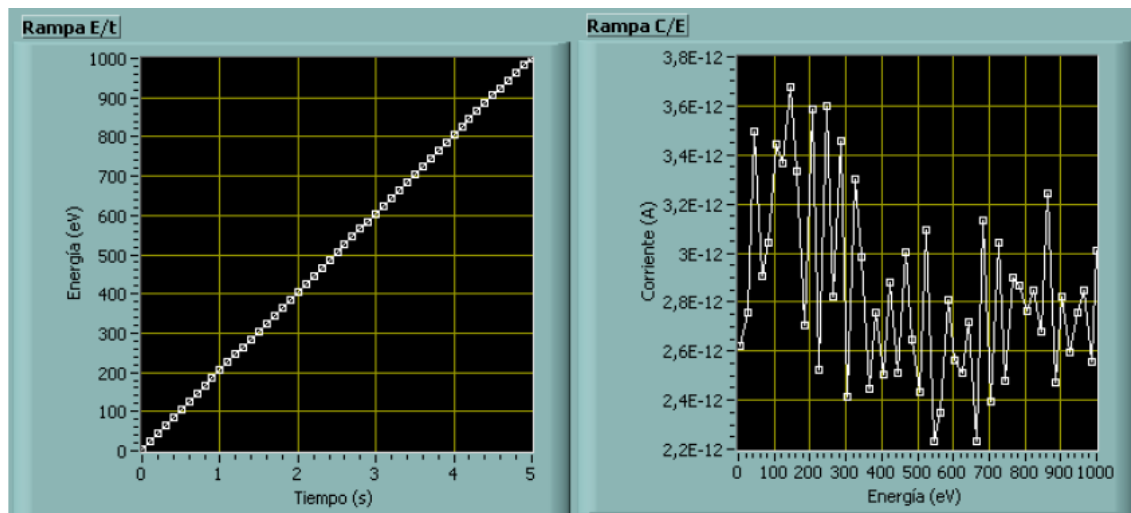


Fig 3. 71. Gráfico de la energía del haz respecto al tiempo y de la corriente que recibe el picoamperímetro respecto de la energía del haz.

3.5.1.2.2. Barrido de Energía con Focus constante.

En el caso de la aplicación de barrido en Energía con Focus constante tenemos un panel frontal como el que se muestra en a figura 3.72. La interfaz con el usuario es muy similar al barrido de Energía con Spot mínimo, solo que en esta es posible ajustar el valor del Focus.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

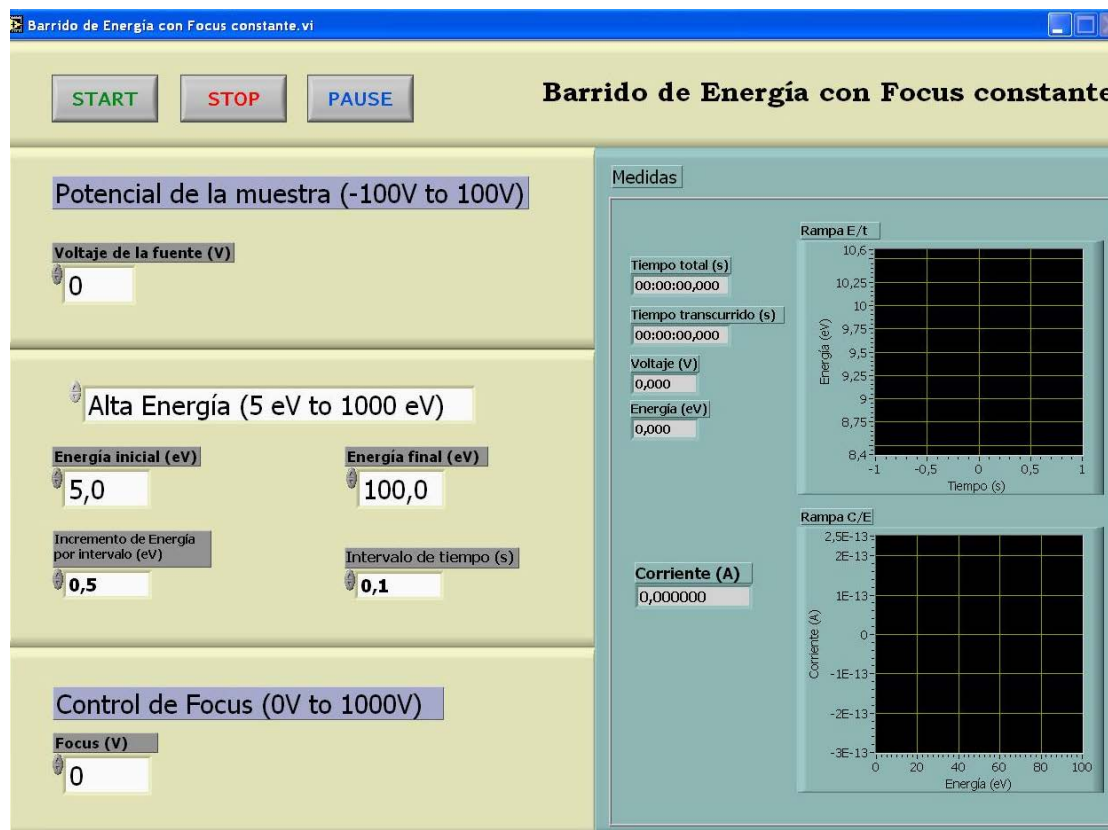


Fig 3. 72. Panel frontal del programa de Barrido de Energía con Focus constante.

- **Control de Focus:** Establece el valor de Focus para el Barrido de Energía: Tiene un rango de (0-1000) V.

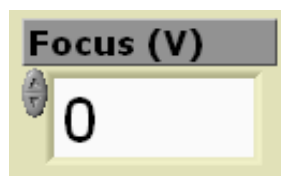


Fig 3. 73. Panel de control del Focus.

3.5.1.2.3. Barrido de Focus con Energía constante.

En el caso de la aplicación de Barrido de Focus con Energía constante tenemos un panel frontal como el que se muestra en la figura 3.74. La interfaz de usuario es

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

similar a la del Barrido de Energía con Focus constante, aunque en esta aplicación el barrido se realiza en voltaje de Focus, por lo que los resultados mostrados en la gráfica C/E corresponden con la corriente que recibe el picoamperímetro respecto al voltaje de Focus.

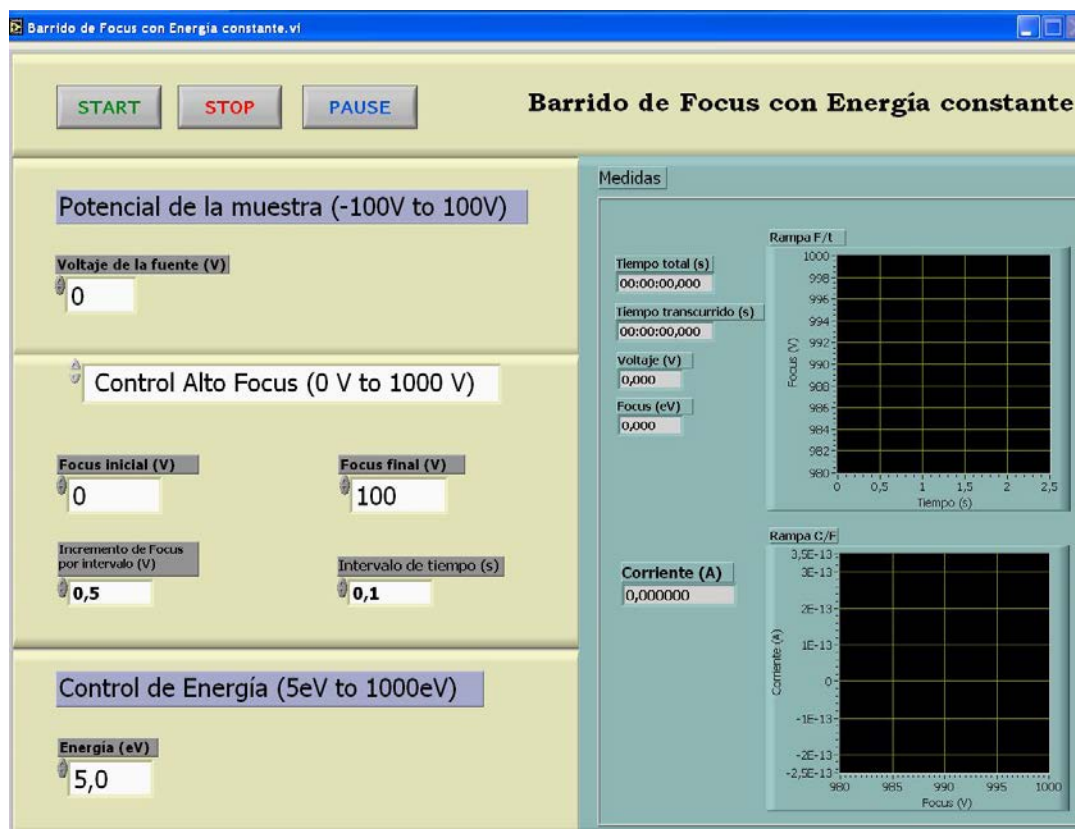


Fig 3. 74. Panel frontal del programa de Focus con Energía constante.

- **Selección de barrido en alto o bajo Focus:** permite el ajuste de los valores máximos de barrido de Focus, con un control de alto Focus el rango de valores que permite realizar el barrido es de (0-1000) V, mientras que con bajo Focus el rango es de (0-100) V.

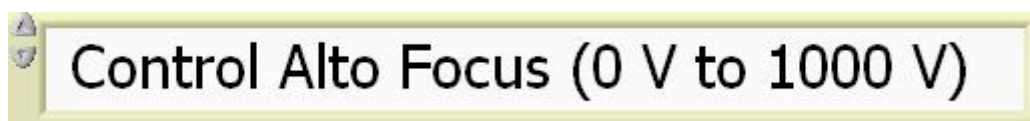


Fig 3. 75. Panel de Selección de Focus.

3. Fundamentos Teóricos de la Instrumentación.

- **Focus Inicial:** Fija el voltaje del Focus en el valor en el cual comenzará el barrido. El valor viene dado en Voltios.

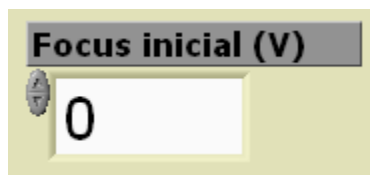


Fig 3. 76. Panel de control del Focus Inicial.

- **Focus Final:** Fija el voltaje de Focus en el cual el barrido finalizará. El valor viene dado en Voltios.

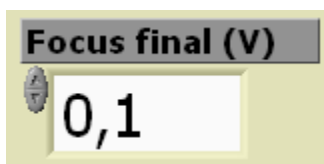


Fig 3. 77. Panel de control del Focus Final.

- **Energía:** Fija el valor de Energía sobre el cual realizaremos el barrido. El valor viene dado en eV y admite valores entre 5 y 1000 eV.

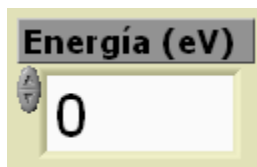


Fig 3. 78. Panel de control de Energía.



4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

En este apartado se describen las mejoras añadidas a la aplicación de control del cañón de electrones y la fuente del picoamperímetro, el diseño y montaje del porta muestras, un estudio de los componentes del vacío residual en la pre-cámara y cámara de Ultra-Alto-Vacío, junto con otro estudio de los parámetros de calibración del sistema de medida del coeficiente de Emisión Secundaria.

4.1. Mejoras añadidas al programa.

Durante la realización del presente proyecto, el programa descrito en el apartado 3.5.1 fue analizado y modificado para depurar errores existentes y realizar unas mejoras en su funcionalidad. Estas mejoras se describen en este apartado.

4.1.1. Control de los parámetros Alta y Baja Energía y Alto y Bajo Focus.

El programa desarrollado en LabVIEW [3] realizaba, por defecto, barridos de Energía o de Focus mediante el modo de funcionamiento High Energy y High Focus. Durante la realización del presente proyecto surgió la necesidad de automatizar el modo de funcionamiento Low Focus y Low Energy, para poder realizar barridos con mayor precisión en el rango de Energía de 0-100 eV o en el rango de Focus de 0-100 V.

Para activar el modo de funcionamiento en Low Focus o Low Energy es necesario introducir un voltaje constante de 5 V a través de los terminales de tornillo TTL-Energy o TTL-Focus de la fuente de alimentación EGPS-2B-670, mientras que si el voltaje enviado a estos terminales es de 0 V, el modo de funcionamiento será en High Energy o High Focus.

El modo de funcionamiento Low Focus y Low Energy permite que las fuentes de control de estos dos parámetros tengan un rango de operación de (0-100) V. Al reducir este rango de funcionamiento de las fuentes de control, respecto del modo de funcionamiento High Focus o Energy, la resolución de estas fuentes aumenta, permitiendo realizar incrementos más pequeños de Energía o de Focus durante los

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

barridos que realiza el programa, dando opción a la realización análisis más detallados en la zona de baja Energía o de Focus.

Para la implementación de esta funcionalidad usaron dos salidas digitales de la placa de conexión CB-69LP, pin 17 y 49 (D1 y D2), una para la activación del modo Low Focus y otra para la activación de Low Energy. El voltaje que estas salidas digitales envían los terminales de tornillo de la fuente de alimentación se muestran en la tabla 4.1:

Tipo de Barrido	Modo de Funcionamiento	TTL-ENERGY (V)	TTL-FOCUS (V)
Barrido de Energía con mínimo spot	Alta Energía(5-1000)eV	0	0
	Baja Energía(5-100) eV	5	5
Barrido de Energía con Focus constante	Alta Energía(5-1000)eV	0	0
	Baja Energía(5-100) eV	5	0
Barrido de Focus con Energía constante	Alto Focus (5-1000) V	0	0
	Bajo Focus (5-100) V	0	5

Tabla 4. 1. Voltaje de las entradas TTL-ENERGY y TTL-FOCUS para cada uno de los barridos.

Para configurar los valores enviados las salidas D1 y D2según el barrido que se esté realizando, es necesario usar la herramienta DAQ-Assistant que permite una rápida configuración de todas las entradas y salidas de la tarjeta de adquisición de datos PCI-6024E e incorporarle un booleano a su entrada que en caso de ser 1 la salida digital envía 5 Voltios y en caso de ser 0 las salida digital envía 0 Voltios. Un ejemplo se muestra en la figura 4.1.

Al realizar esta mejora, el panel frontal del programa fue actualizado para incluir esta nueva funcionalidad.

4. Mejoras añadidas a la aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

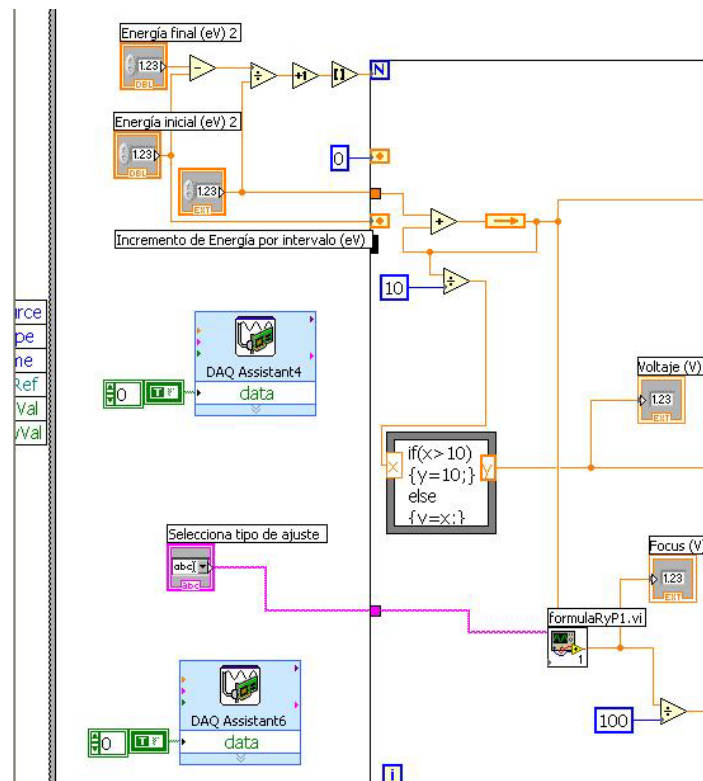


Fig. 4. 1. Ejemplo de configuración de las señales digitales que activan el modo Low Focus y Low Energy.

4.1.2. Depuración de los polinomios de ajuste para el barrido de Energía con Spot mínimo.

Al añadir la funcionalidad anterior, se revisaron los polinomios para el ajuste del valor del voltaje de Focus que permiten conseguir el mínimo spot sobre la zona de incidencia del haz de electrones en la muestra, para una distancia óptima de 2 cm entre la muestra y la boca del cañón.

Antes de la modificación del programa, el barrido de Energía con Spot mínimo usaba solo un polinomio en cada ajuste (3D y 7D) para calcular el valor de Focus para todo el rango (5-1000 eV). Con la implementación del modo de funcionamiento Low Energy y Low Focus, se crearon cuatro polinomios de diferentes grados para realizar el cálculo del valor del Focus, dos para el ajuste 3D y dos para el ajuste 7D. En cada caso se usa un polinomio diferente para el rango de (5-100 eV) y otro para el rango (100-1000 eV).

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

Las curvas proporcionadas por el fabricante para la determinación del valor de Focus que obtiene un mínimo tamaño de Spot en función de la energía del haz incidente de electrones se muestra en la figura 3.13. En dicha figura se muestran las dos curvas que realizan para obtener el mínimo spot, la curva inferior se corresponde con el ajuste denominado 3D mientras que la curva superior se denomina 7D. Los nombres de cada ajuste correspondían con la dimensión del polinomio usado en la aplicación para aproximarlos. Con la creación de los nuevos polinomios de ajuste se mantuvo esta denominación, aunque, los nuevos polinomios creados para el ajuste sean de mayor grado que los polinomios antiguos.

En la tabla 4.2 se recogen los coeficientes de los polinomios usados en el nuevo ajuste:

Ajuste/Rango de Energía	3D ($A \pm \Delta A$)	7D ($A \pm \Delta A$)
(5-100) eV	$A_0 = 18.55779 \pm 3.45 \times 10^{-5}$ $A_1 = 0.0788229 \pm 1.05 \times 10^{-7}$ $A_2 = -0.00422 \pm 2.21 \times 10^{-5}$ $A_3 = 9.069028 \times 10^{-5} \pm 2.16 \times 10^{-5}$ $A_4 = -4.7131 \times 10^{-7} \pm 1.78 \times 10^{-7}$	$A_0 = 1.00000 \pm 1.07 \times 10^{-5}$ $A_1 = 2.179167 \pm 3.46 \times 10^{-6}$ $A_2 = 0.1007292 \pm 1.82 \times 10^{-7}$ $A_3 = -0.001635417 \pm 2.3 \times 10^{-9}$ $A_4 = 7.5521 \times 10^{-6} \pm 2.17 \times 10^{-10}$
(100-1000) eV	$A_0 = -50.42580 \pm 3.51 \times 10^{-5}$ $A_1 = 1.770124 \pm 2.34 \times 10^{-6}$ $A_2 = -0.01572955 \pm 1.79 \times 10^{-8}$ $A_3 = 7.539762 \times 10^{-5} \pm 1.53 \times 10^{-11}$ $A_4 = -1.93371 \times 10^{-7} \pm 1.89 \times 10^{-12}$ $A_5 = 2.695225 \times 10^{-10} \pm 2.44 \times 10^{-16}$ $A_6 = -1.919232 \times 10^{-13} \pm 1.63 \times 10^{-19}$ $A_7 = 5.470939 \times 10^{-17} \pm 2.13 \times 10^{-21}$	$A_0 = 1922.664469 \pm 5.31 \times 10^{-6}$ $A_1 = -63.59181182 \pm 1.13 \times 10^{-8}$ $A_2 = 1.030442056 \pm 2.45 \times 10^{-9}$ $A_3 = -0.00913940303 \pm 1.96 \times 10^{-11}$ $A_4 = 5.145846005 \times 10^{-5} \pm 1.39 \times 10^{-14}$ $A_5 = -1.969125929 \times 10^{-7} \pm 2.06 \times 10^{-16}$ $A_6 = 5.296405638 \times 10^{-10} \pm 1.88 \times 10^{-19}$ $A_7 = -1.01381778 \times 10^{-12} \pm 2.64 \times 10^{-20}$ $A_8 = 1.374238621 \times 10^{-15} \pm 2.52 \times 10^{-24}$ $A_9 = -1.28819425 \times 10^{-18} \pm 4.13 \times 10^{-26}$ $A_{10} = 7.932304 \times 10^{-22} \pm 2.8 \times 10^{-28}$ $A_{11} = -2.882392 \times 10^{-25} \pm 6.02 \times 10^{-31}$ $A_{12} = 4.67666 \times 10^{-29} \pm 3.23 \times 10^{-34}$

Tabla 4. 2. Coeficientes de los polinomios desarrollados para realizar el cálculo del valor de Focus que obtiene el mínimo tamaño de Spot en función del rango de Energía y el tipo de ajuste.

En lastablas 4.3y 4.4 semuestran una comparación entre los valores de Focus dados por el fabricante, los valores de Focus que se obtenían con el antiguo ajuste y los valores de Focus que se obtienen usando los nuevos polinomios, junto con el error relativo entre el valor dado por el fabricante y los ajustes realizados. En estas tablas se observa, comparando los errores cometidos en cada ajuste, que los nuevos polinomios

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

usados para realizar el cálculo de Focus,salvo en algún caso, son mucho más precisos que los polinomios usadospara realizar los ajustes anteriormente.

E(X)	F(Y)	Fpold(Y)	Fpgood(Y)	Err(Y)	Errgood(Y)	deltarr(Y)
5	18,8	16,43	18,86	2,37	0,06	2,31
20	19,3	18,16	19,10	1,14	0,20	0,93
40	19,2	20,62	19,56	1,42	0,36	1,07
60	21,9	23,23	21,58	1,33	0,32	1,00
80	24,8	25,95	24,98	1,15	0,18	0,97
100	27,8	28,79	27,80	0,99	0,00	0,99
150	36,2	36,22	36,13	0,02	0,07	0,05
200	42,8	43,99	42,87	1,19	0,07	1,12
250	52,4	51,93	51,43	0,47	0,97	0,50
300	60	59,95	61,38	0,05	1,38	1,33
350	70,3	68,04	71,12	2,26	0,82	1,44
400	79,2	76,23	79,47	2,97	0,27	2,70
450	91,9	84,63	86,28	7,27	5,62	1,65
500	89	93,43	92,46	4,43	3,46	0,97
550	97	102,86	99,58	5,86	2,58	3,28
600	110	113,24	109,23	3,24	0,77	2,47
650	123	124,95	122,35	1,95	0,65	1,30
700	141	138,43	138,82	2,57	2,18	0,39
750	157	154,19	157,44	2,81	0,44	2,37
800	174	172,81	176,59	1,19	2,59	1,40
850	197	194,95	195,67	2,05	1,33	0,73
900	218	221,30	217,72	3,30	0,28	3,02
950	253	252,66	253,21	0,34	0,21	0,13

Tabla 4. 3. Valores de Focus que proporciona el fabricante y los valores obtenidos realizando los ajustes por polinomios para el ajuste 3D. De izquierda a derecha: E (Energía), F (Focus proporcionado por el fabricante), Fpold (Focus ajustado con el antiguo polinomio), Fpgood (Focus ajustado con los nuevos polinomios), Err (Error cometido con el antiguo polinomio al realizar el ajuste), Errgood (Error cometido por los nuevos polinomios al realizar el ajuste), deltarr (Error relativo cometido entre el ajuste antiguo y el nuevo).

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

E(X)	F(Y)	Fpold(Y)	Fpgood(Y)	Erp(Y)	Erpgood(Y)	deltapp(Y)
20	73	72,76	73,00	0,24	0,00	0,24
40	164	163,53	164,00	0,47	0,00	0,47
60	239	237,21	239,00	1,79	0,00	1,79
80	292	296,85	292,00	4,85	0,00	4,85
100	346	345,03	346,00	0,97	0,00	0,97
150	429	428,85	428,89	0,15	0,11	0,04
200	482	478,95	482,41	3,05	0,41	2,65
250	511	510,37	510,38	0,63	0,62	0,01
300	529	531,34	529,43	2,34	0,43	1,90
350	544	545,72	544,55	1,72	0,55	1,17
400	556	555,02	555,06	0,98	0,94	0,04
450	560	559,65	560,03	0,35	0,03	0,32
500	559	559,83	559,70	0,83	0,70	0,13
550	556	556,01	556,00	0,01	0,00	0,01
600	550	548,94	550,06	1,06	0,06	1,01
650	543	539,52	542,45	3,48	0,55	2,93
700	530	528,42	529,94	1,58	0,06	1,51
750	509	515,57	511,05	6,57	2,05	4,52
800	495	499,61	491,81	4,61	3,19	1,42
850	478	477,38	478,24	0,62	0,24	0,38
900	461	443,50	459,94	17,50	1,06	16,43
950	374	390,10	374,25	16,10	0,25	15,85
1000	311	306,82	310,97	4,18	0,03	4,15

Tabla 4. 4. Valores de Focus que proporciona el fabricante y los valores obtenidos realizando los ajustes por polinomios para el ajuste 7D. De izquierda a derecha: E (Energía), F (Focus proporcionado por el fabricante), Fpold (Focus ajustado con el antiguo polinomio), Fpgood (Focus ajustado con los nuevos polinomios), Erp (Error cometido con el antiguo polinomio al realizar el ajuste), Erpgood (Error cometido por los nuevos polinomios al realizar el ajuste), deltapp (Error relativo cometido entre el ajuste antiguo y el nuevo).

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

4.2. Diseño y montaje del porta muestras.

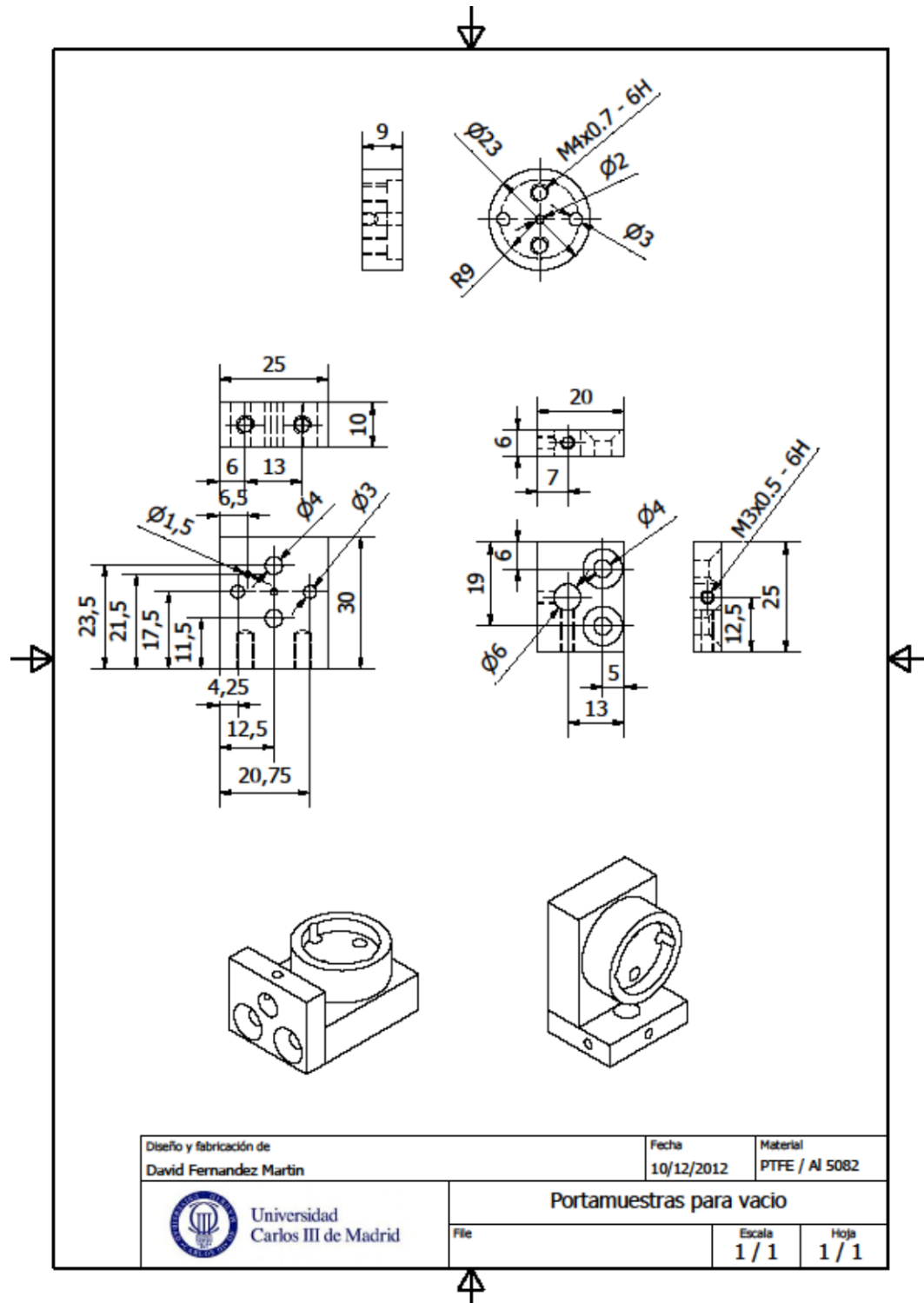


Fig. 4. 2. Plano del porta muestras diseñado.

En la figura 4.2 se muestra el plano del porta muestras desarrollado para ser introducido en la cámara de UHV, la muestra es pegada a un soporte por medio de un

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

cinta conductora o pintura de plata y este es alojado en el porta muestrapor medio de unas guías que a su vez sirven de enganche.

La base del porta muestras se acopla con dos tornillos sobre una varilla metálica que está conectada con un manipulador, que permite la rotación y movimiento en la dirección vertical del este. En la parte trasera del porta muestras es posible conectar un cable que une eléctricamente el cilindro donde se introduce el soporte de la muestra con el pasamuros coaxial,que a su vez está conectada la sonda para la medida de la corriente que circula a través de la muestra cuando esta es bombardeada con el haz de electrones.

4.3. Estudio de los gases componentes del vacío residual.

Para la determinación de los gases que componen el vacío residual dentro de la pre-cámara y cámara de ultra alto vacío se usó el espectrómetro de masas (QMS) que contiene dos analizadores (Energy Pulse Ion Counting y Ion Desorption Probe analysers, EPIC-IDP).

En la figura 4.3 se presenta las especies identificadas en la cámara de ultra alto vacío antes de iniciar las medidas que permiten el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria.

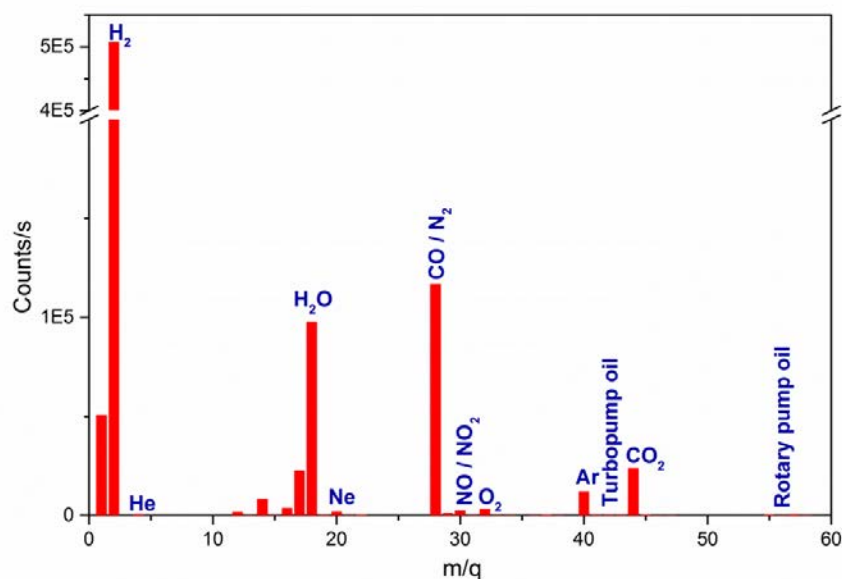


Fig. 4. 3. Cuentas por Segundo de las especies presentes en el sistema (pre-cámara y cámara) de ultra altovacío (análisis cualitativo).



4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

En la tabla 4.5 se incluye también la contribución de los elementos no identificados. Estos se etiquetan como ‘valores sin identificar’ y se les aplica un factor de sensibilidad = 1. Mientras que en la figura 4.5 se muestran los porcentajes de cada especie en un diagrama de rosco.

Especie	No cuentas (sin corregir)	No cuentas (corregido)	Porcentaje (%)
H ₂	556754	1.26535E6	60.64
He	519	3707	0.18
Water	122281	135868	6.51
Ne	190	826	0.04
CO	4553	4336	0.21
N ₂	118590	118590	5.68
NO	1681	1401	0.07
O ₂	3667	4264	0.20
Ar	13274	11062	0.53
CO ₂	30601	21858	1.05
NO ₂	1236	1236	0.06
Turbopumpoil	823	823	0.04
RotaryPumpOil	679	679	0.03
Sin identificar	516538	516538	24.76

Tabla 4. 5.Tabla con los porcentajes de las especies encontradas en el sistema de UHV.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

■ H2 ■ He ■ H2O ■ Ne ■ CO ■ N2 ■ NO
■ O2 ■ Ar ■ CO2 ■ NO2 ■ Turbopumpoil ■ RotaryPumpOil ■ Unidentified

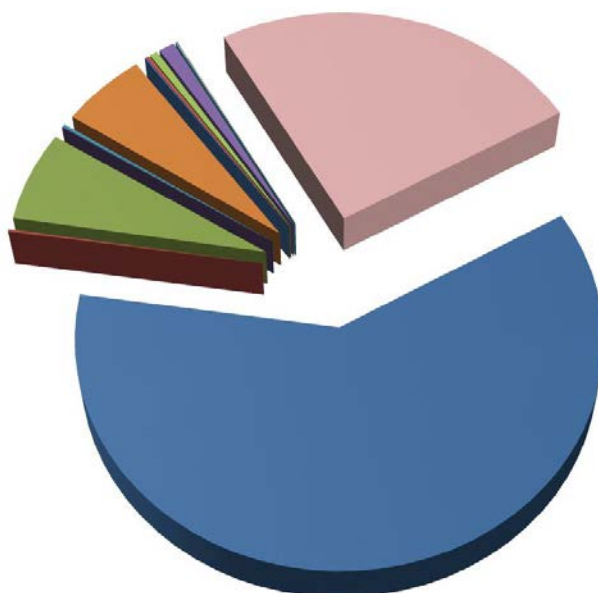


Fig. 4. 4. Diagrama de rosco con las concentraciones de las especies encontradas en el sistema de ultra alto vacío.

En el análisis de los gases que componen el vacío residual y como se muestra en la figura 4.4, se observa como el gas predominante en el sistema de ultra alto vacío corresponde con el hidrógeno 60.64%, mientras que las concentraciones de las otras especies identificadas son prácticamente despreciables en comparación con esta. Por ejemplo, la concentración de agua en el sistema de ultra alto vacío (segundo gas más común dentro del sistema) supone solo un 6.51% del total de gases presentes en la cámara de ultra alto vacío.

4.4. Experimentos de medida del SEY.

Con el objetivo de calibrar y verificar el correcto funcionamiento del cañón de electrones ELG-2B-5352 se han realizado un conjunto de experimentos que permiten estudiar como la emisión de electrones secundarios en una muestra patrón varia con: los distintos valores de voltaje de los parámetros G-1 y G-2 del cañón de electrones; la curva de mínimo spot usada para el ajuste; la distancia a la que se encuentra el cañón de electrones de la muestra; y el voltaje de polarización de la muestra. Los parámetros usados en estos experimentos están escogidos en el entorno de los valores que recomienda el fabricante (tabla 3.2).

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

4.4.1. Procedimiento de limpieza y acondicionamiento de las muestras introducidas en la pre-cámara de vacío.

El procedimiento usado para la limpieza y acondicionamiento de las muestras antes de ser introducidas en la pre-cámara de vacío se describe a continuación:

- Las muestras debe tener un tamaño de 10x10 mm aproximadamente debido a que el diámetro del porta muestras es de 25mm.
- Cuando la muestra tiene el tamaño requerido, se introduce en alcohol y es expuesta a ultrasonidos para la limpieza de su superficie durante al menos 20 min. Después, se repite el proceso introduciendo la muestra en acetona, durante el mismo tiempo aproximadamente, para eliminar los compuestos que el alcohol no ha sido capaz de disolver.
- Las muestras limpiadas se pegan al porta muestras utilizando coloide de plata o una cinta de carbono conductora. Es importante que las muestras una vez pegadas queden eléctricamente cortocircuitadas con el porta muestras. Para ello se verifica con un polímetro la continuidad eléctrica entre la muestra y el porta muestras.
- Una vez la muestra está fijada, se introduce el porta muestras dentro de la pre-cámara de vacío para realizar las medidas. Si se introducen dos o más muestras en el porta muestras debemos fijar una referencia física (marca) que, junto con las dimensiones de las muestras, nos facilite ubicar el punto de focalización del haz de electrones en las muestras.
- Cuando el porta muestras se encuentra fijado en su posición dentro de la pre-cámara de vacío, se cierra la brida y se comienza con el proceso de evacuación de la cámara, es decir, hacer vacío.

4.4.2. Medidas en función de los voltajes de G-1 y G-2.

Para la obtención de las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria de este experimento se usa el procedimiento que fue explicado en el apartado 2.4., concretamente la Ec. 2.12. Utilizamos una muestra en forma de lámina rectangular de (9x12)mm y 1mm de espesor, de Platino de alta pureza (99,99%).

Se realizan una serie de barridos en Energía, con el objetivo de analizar las variaciones que aparecen en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria de la



4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

muestra de Platino al modificar la relación entre el voltaje de G-1 y G-2. Para ello variamos el potencial de G-2 mientras que los otros “parámetros de configuración” de la medida como: la distancia entre la boca del cañón y la muestra; el voltaje de G-1; el rango de barrido y el incremento Energía; el ajuste del valor del Focus; son mantenidos constantes. En estas condiciones se realizan dos barridos en energía que corresponden con la muestra polarizada (40 V) y sin polarizar (0 V).

Los valores dados a cada uno de estos parámetros para la realización de este experimento son:

- Distancia entre la boca del cañón y la muestra: 2 cm.
- Voltaje de G-1: 0 V.
- Voltaje de G-2: 0, 25, 50, 75 V.
- Voltaje de polarización: para cada voltaje de G-2 se establecen dos voltajes polarización, 0 y 40 V.
- Valor del Focus: Barrido de Energía con Spot mínimo usando el ajuste 7D.
- Barrido e incremento de Energía: el rango del barrido es de (5-550) eV con un incremento de 5 eV/s.

Este mismo experimento se realiza incrementando con valores de G-1= 5, 10, 15 y 20 V.

En la gráfica 4.5y 4.6se muestran los resultados de cómo varía la corriente en la muestra polarizada y sin polarizar, en función de la energía de los electrones del haz incidente para un valor de G-1=0 V y G-2= 0, 25, 50, 75 V.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

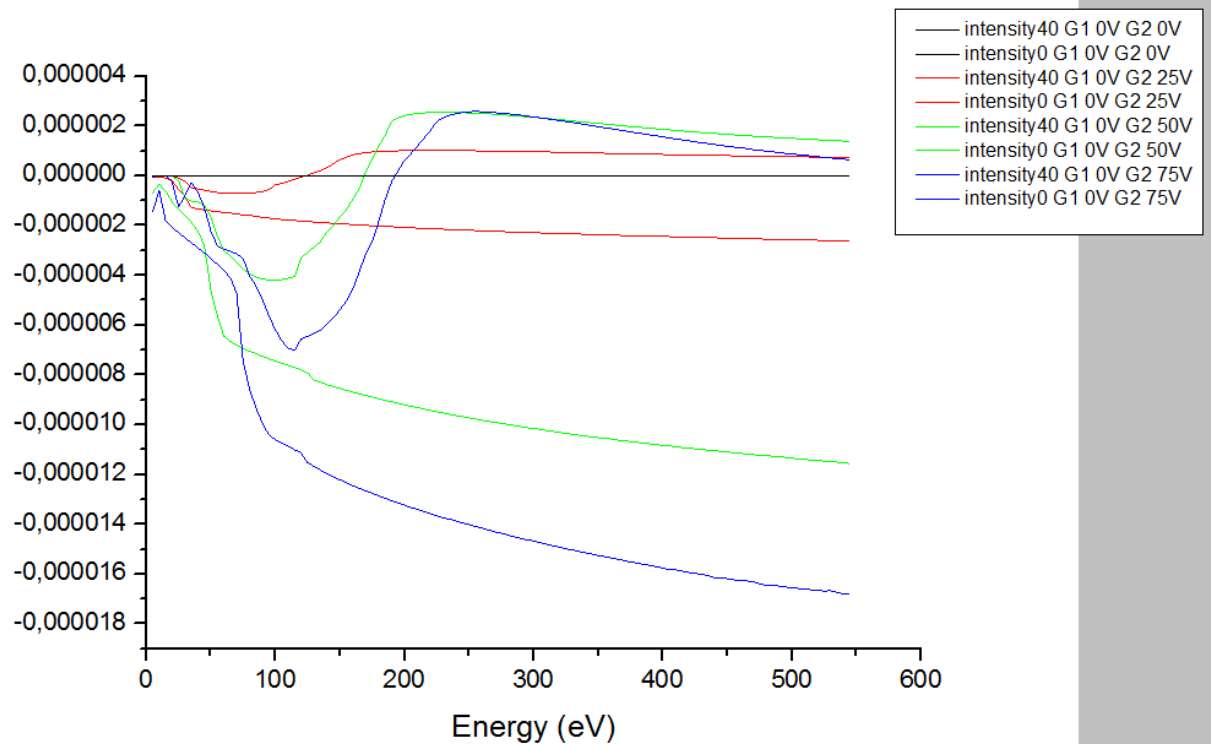


Fig. 4. 5. Gráficas de intensidad de la corriente en la muestra en función del Energía del haz de electrones para $G-1=0V$ y $G-2=0V$ (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

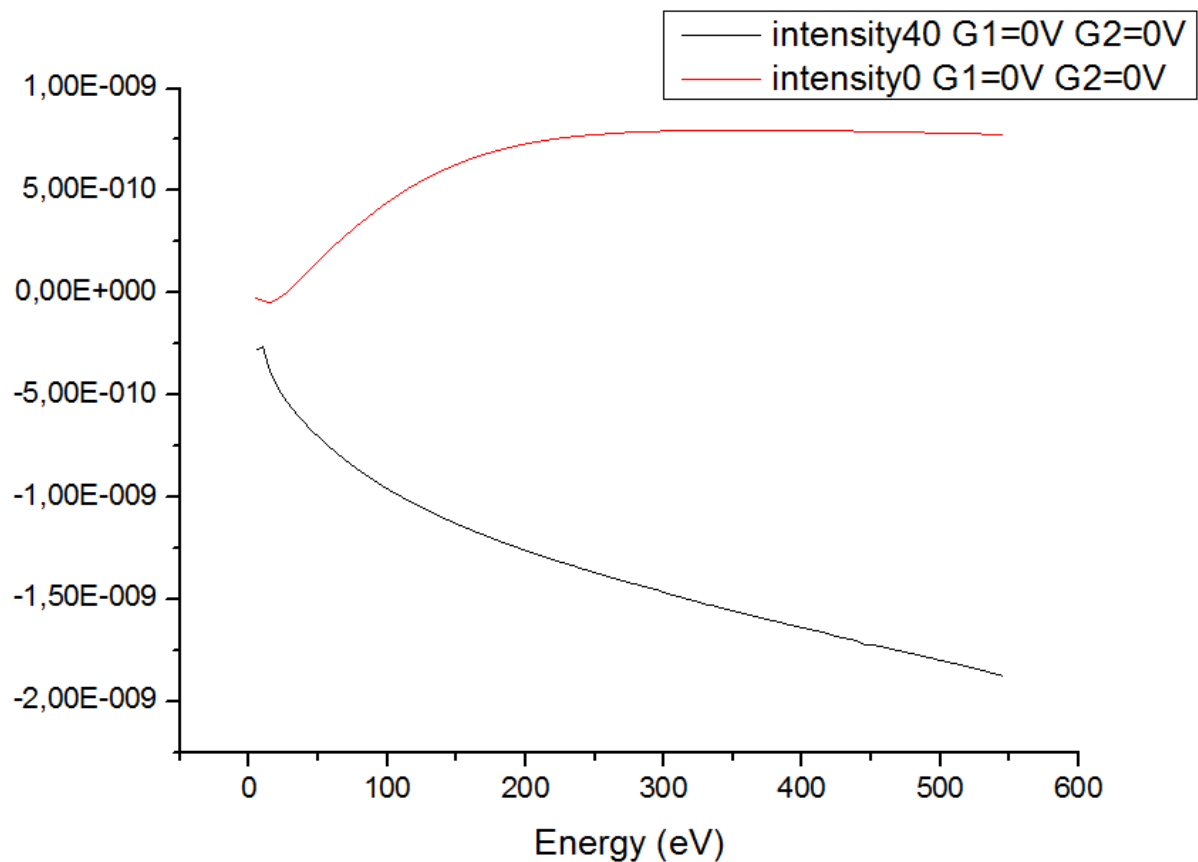


Fig. 4. 6. Intensidad de la corriente en la muestra, polarizada con $V_p=40V$ (negra), sin polarizar $V_p=0V$ (roja) en función de la energía del haz de electrones para $G-1=0V$ y $G-2=0V$.

En las figuras 4.5 y 4.6 se muestran los valores de corriente en función de la energía de los electrones que inciden en la muestra cuando está bombardeada por el cañón de electrones. En la figura 4.5 se muestran 4 pares de curvas, relacionadas entre ellas por su color, dentro de este par de curvas, la superior corresponde con la medida de la intensidad que circula por la muestra cuando está sin polarizar, mientras que la inferior corresponde con la misma medida pero con la muestra polarizada (en la figura 4.6 se muestra un ejemplo de esta distinción).

En estas figuras se observa como las corrientes que circulan por la muestra cuando esta está polarizada, se incrementan conforme el potencial de G-2 aumenta, este incremento de la corriente es de un orden de magnitud desde la primera medición con $G2=0V$ hasta la última con $G-2=75V$. Este incremento también se observa en las curvas de la corriente que circula por la muestra cuando esta no está polarizada,



4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

pero, estas variaciones no son tan significativas, debido que al no encontrarse la muestra polarizada, buena parte de los electrones que componen la corriente del haz incidente rebotan contra la superficie y no son atraviesan la muestra, por lo que la corriente que circula por esta es menos sensible a la variación del haz.

Los datos correspondientes a las lecturas de la intensidad de la corriente en la muestra y de la energía del haz de electrones en cada experimento (barrido de energía) son almacenados en un fichero cuyo nombre es elegido por el usuario y con una extensión (*.txt). Este fichero tiene un formato estándar (ASCII) que lo hace compatible con la mayoría de los programas de tratamiento de datos, en nuestro caso usamos el programa “OriginPro 7.5” desarrollado por la compañía OriginLab Corporation, desde el cual procesamos los datos, los ajustes y realizamos las representaciones gráficas que presentamos a lo largo de este proyecto.

En la figura 4.7 se muestra el coeficiente de Emisión Secundaria de la muestra de Platino en función de la energía de los electrones del haz incidente para un valor de $G-1=0$ V y $G-2= 0, 25, 50, 75$ V.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

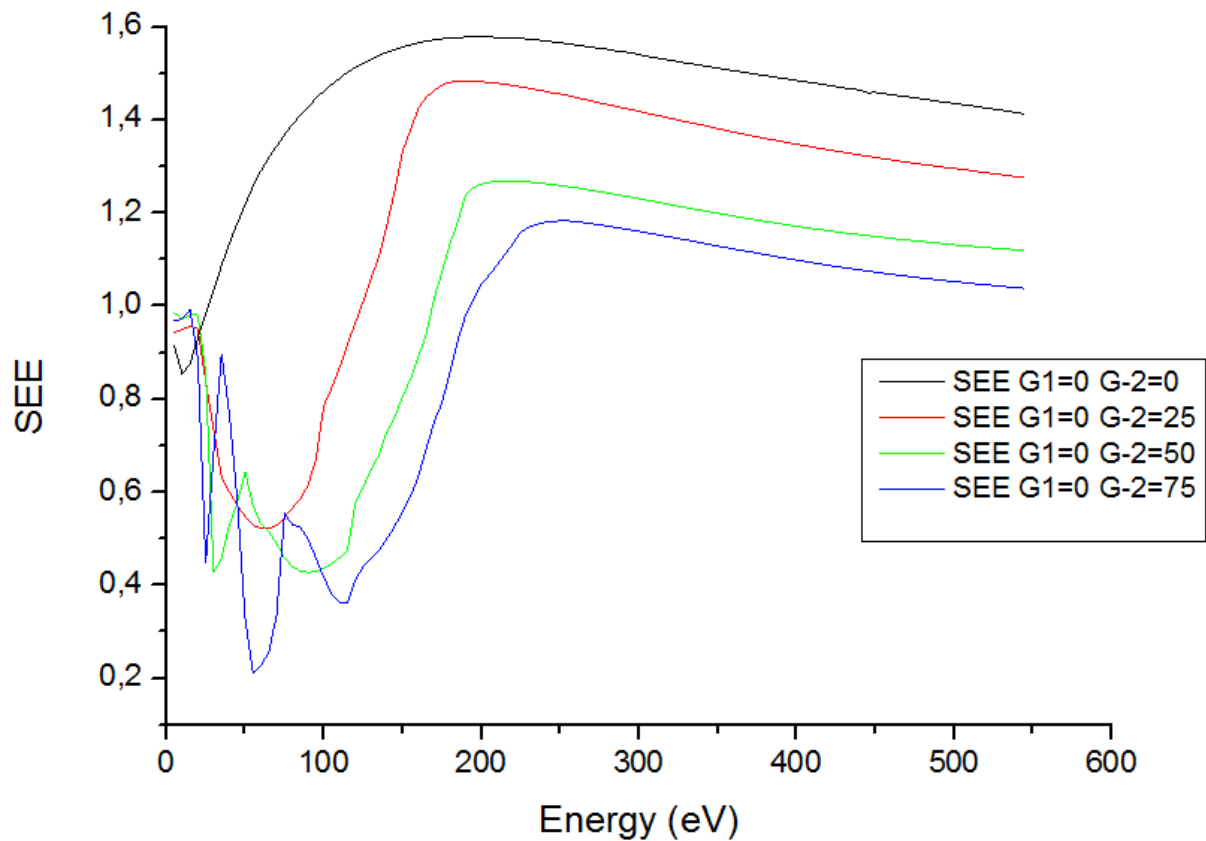


Fig. 4. 7.Coefficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones siendo G-1 = 0V y G-2=0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).

En lafig. 4.7se muestracomo disminuye el coeficiente máximo de Emisión Secundaria de la muestra conforme aumenta el voltaje de G-2, a la vez de esto, el nivel de energía necesario del haz de electrones para obtener este máximo de emisión, se desplaza progresivamente hacia mayores niveles de energía. También se observa como el incremento del potencial de G-2 provoca una “distorsión” en la zona de baja energía (<150 eV) en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria. No tenemos una explicación razonada para este comportamiento, aunque si observamos que la aleatoriedad en los valores que obtenemos para el coeficiente en esta zona de baja energía es más alta en la medida que aumentamos el potencial de G-2 y además apuntamos que la reproducibilidad de los valores del coeficiente para barridos realizados con los mismos parámetros es muy baja.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

En la gráfica 4.8 se muestran los resultados de cómo varía el coeficiente de Emisión Secundaria en la muestra, en función de la energía de los electrones del haz incidente para un valor de $G-1=5\text{ V}$ y $G-2=0, 25, 50, 75\text{ V}$.

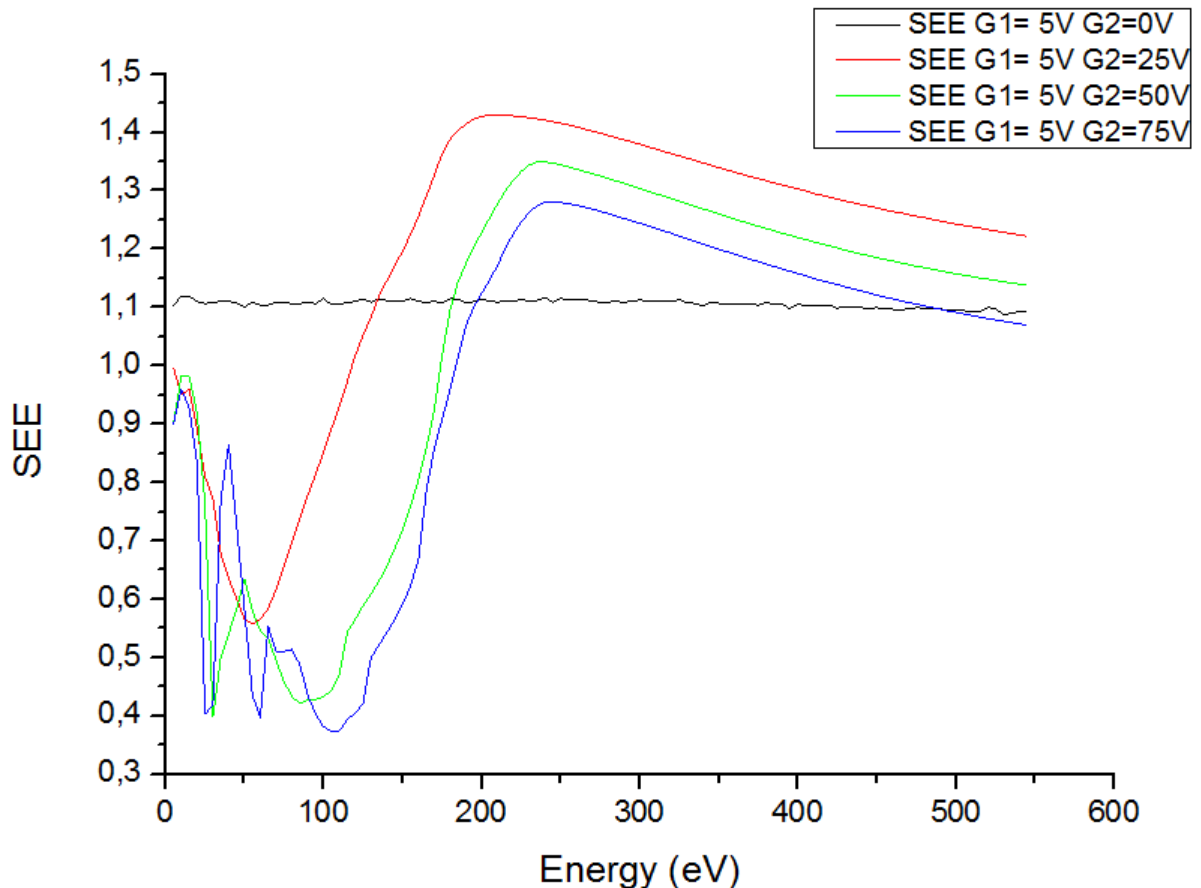


Fig. 4. 8. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para $G-1=5\text{ V}$ y $G-2=0\text{ V}$ (negro), 25 V (rojo), 50 V (verde) y 75 V (azul).

En la figura 4.8 se aprecia un efecto similar del potencial de $G-2$ sobre el coeficiente de Emisión Secundaria para valores de baja energía que ya fue comentado anteriormente. Por otra parte, se observa que para los valores de $G-1=5\text{ V}$ y $G-2=0\text{ V}$ el coeficiente es prácticamente independiente de la energía del haz, lo cual, es causa de que la diferencia de potencial entre $G-1$ y $G-2$ es negativa (-5 V), por lo que los electrones son frenados dentro del cañón y solo unos pocos pueden abandonarlo, los electrones son atraídos por el potencial de $G-1$, y $G-2$ no aplica el potencial (energía)

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

suficiente para extraerlos y formar el haz que incide sobre la muestra. Este efecto se ve reflejado en la intensidad de la corriente que circula por la muestra, siendo esta prácticamente nula (del orden de 10^{-12} A). En la figura 4.9 se muestra la intensidad de la corriente que circula por la muestra en función de la energía del haz de electrones.

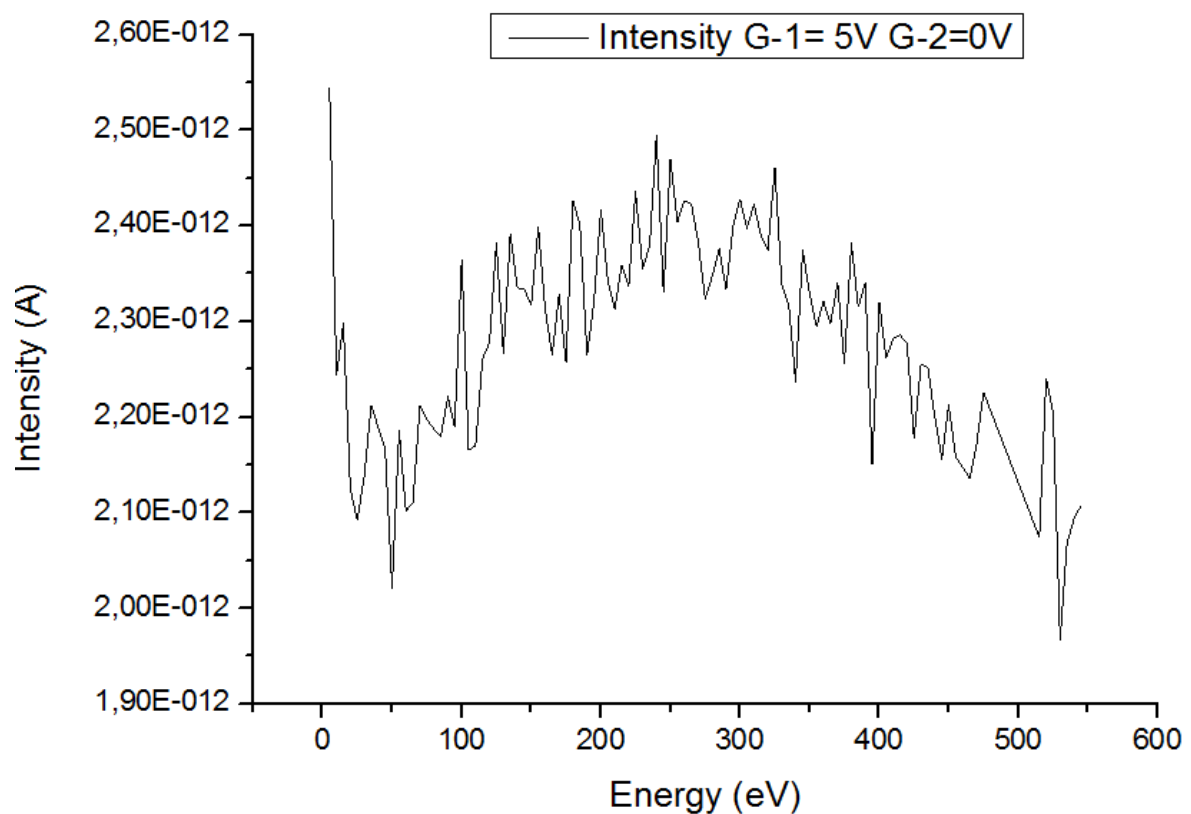


Fig. 4. 9. Intensidad de la corriente de la muestra sin polarizar y con G-1=5V y G-2=0V.

En la gráfica 4.10 se muestran los resultados de cómo varía el coeficiente de Emisión Secundaria en la muestra, en función de la energía de los electrones del haz incidente para un valor de G-1=10 V y G-2= 0, 25, 50, 75 V.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

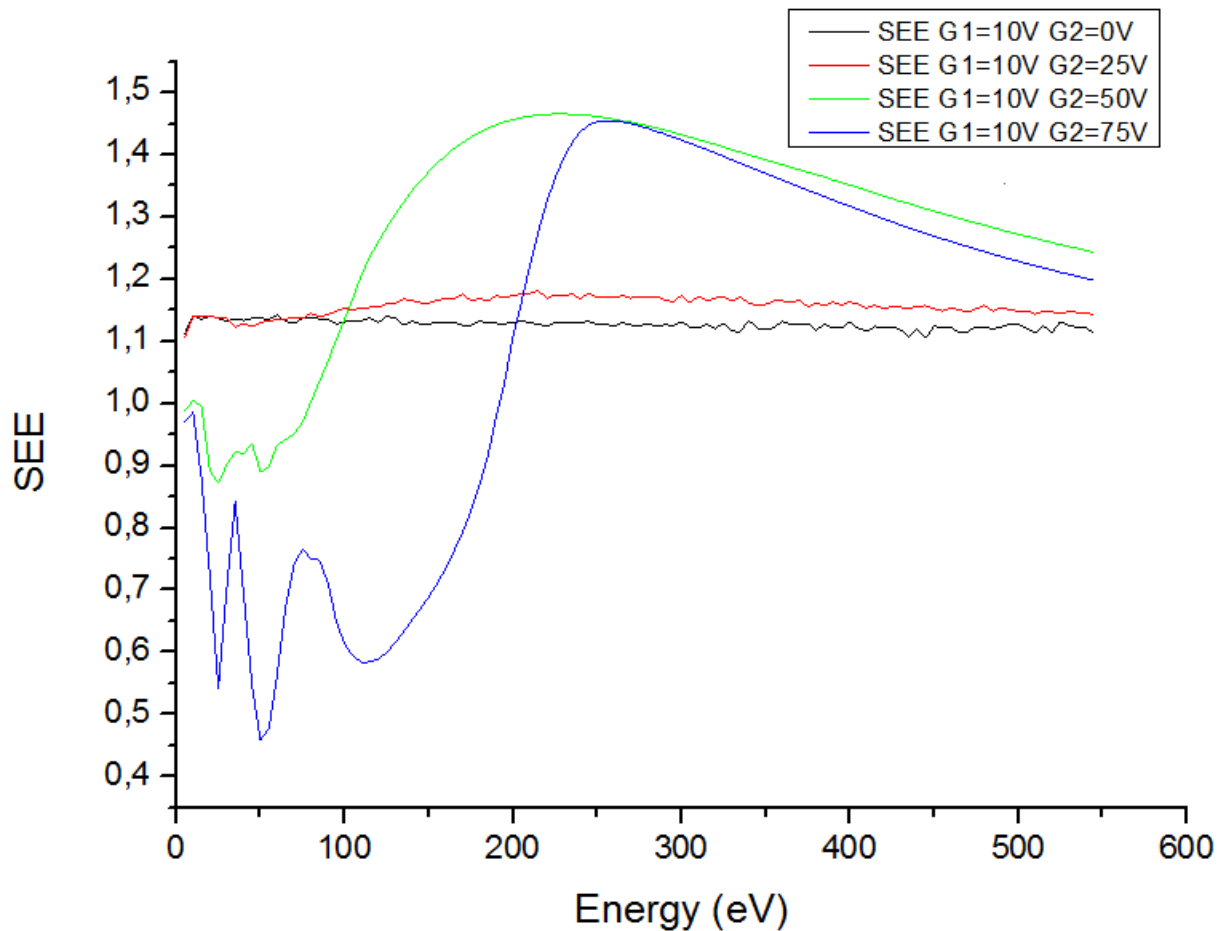


Fig. 4. 10. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para G-1=10V y G-2= 0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).

En la figura 4.10 se observan comportamientos similares al de la figura 4.8. El efecto que la relación existente entre G-1 y G-2 produce en la intensidad del haz de electrones primarios es la supresión de dicho haz, cuando la diferencia de potencial relativa entre G-2 y G-1 no es lo suficientemente grande para poder extraer los electrones del disco de Tántalo. También volvemos a apreciar la deformación que produce el potencial de G-2 en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria en la zona de baja energía (<200 eV), es decir, cuando la muestra es bombardeada con un haz de electrones cuya energía es inferior a 200 eV.

En la gráfica 4.11 se muestran los resultados de cómo varía el coeficiente de Emisión Secundaria en la muestra, en función de la energía de los electrones del haz incidente para un valor de G-1=15 V y G-2= 0, 25, 50, 75 V.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

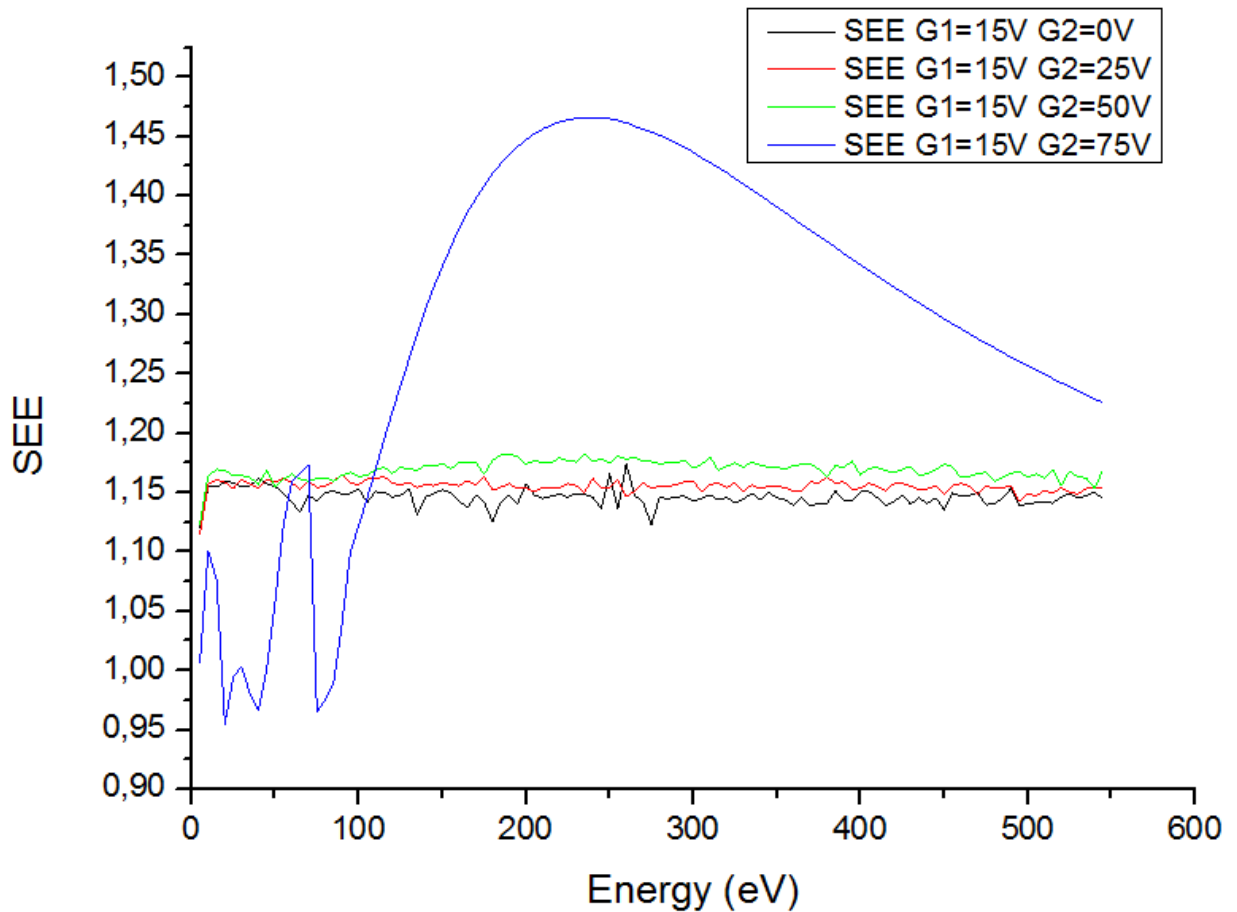


Fig. 4. 11. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para $G-1=15V$ y $G-2= 0V$ (negro), $25V$ (rojo), $50V$ (verde) y $75V$ (azul).

En la Figura 4.11se observa como los efectos mencionados en las figuras 4.8 y 4.10 continúan apareciendo.

En la gráfica 4.12 se muestran los resultados de cómo varía el coeficiente de Emisión Secundaria en la muestra, en función de la energía de los electrones del haz incidente para un valor de $G-1=20 V$ y $G-2= 0, 25, 50, 75 V$.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

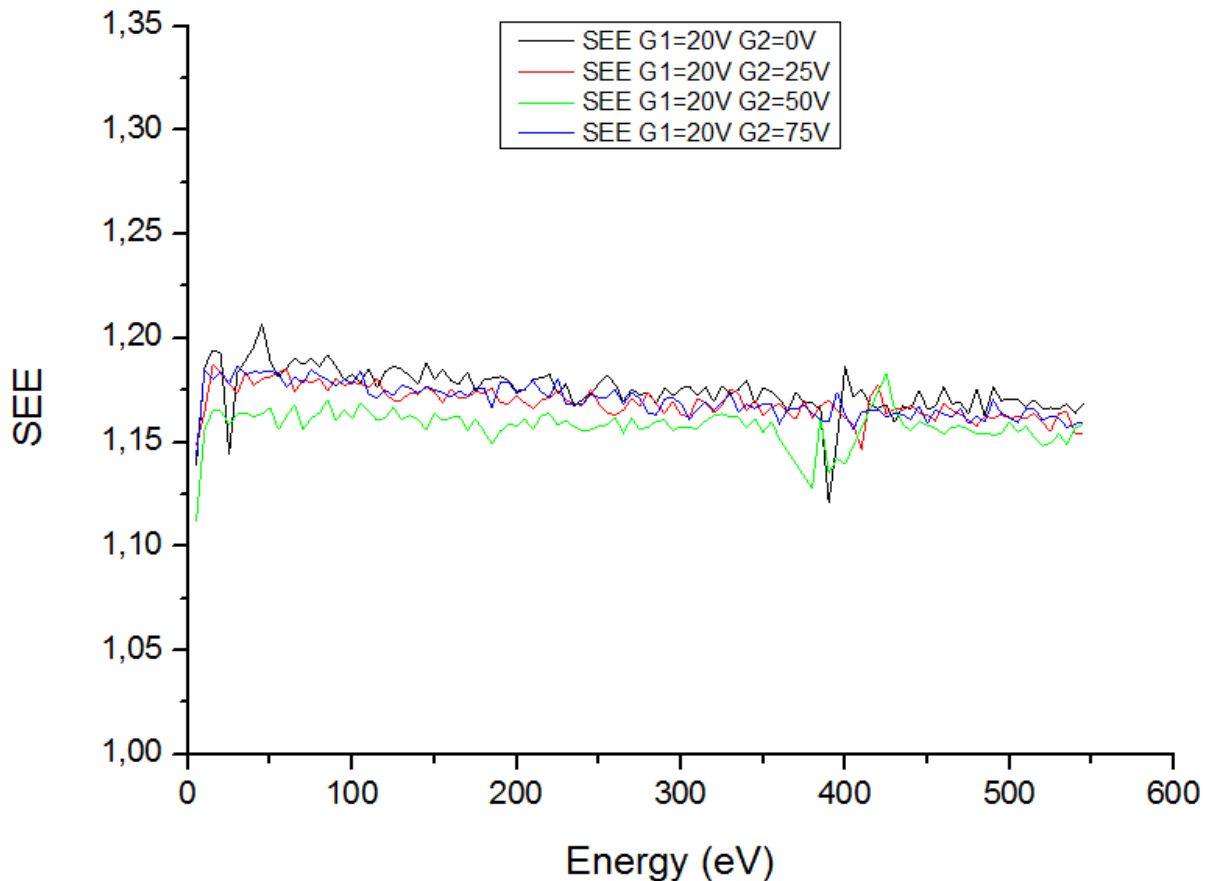


Fig. 4. 12. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para G-1=20V y G-2= 0V (negro), 25V (rojo), 50V (verde) y 75V (azul).

En la figura 4.12 se observa como el voltaje de G-1 es demasiado elevado con respecto a G-2 y el haz de electrones se encuentra completamente suprimido, por lo que es imposible obtener las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria.

También se aprecia en las figuras 4.8, 4.10, 4.11 y 4.12 que los valores del coeficiente de Emisión Secundaria para una determinada energía varían según la relación entre los potenciales aplicados a G-1 y G-2. Además pensamos que estas variaciones pueden estar relacionadas por una parte, con cierta carga electrostática residual que permanece atrapada dentro del sistema muestra-cámara y que es consecuencia de los sucesivos bombardeos en la muestra con un haz de electrones de alta energía, y, por otro, con el estado composicional real de la superficie sobre la cual estamos bombardeando con el haz, ya que cuando se aumenta el potencial de G-2, lo que produce es un aumento de la intensidad del haz de electrones



4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

y por ende un aumento de la densidad de electrones que incidente sobre la muestra. Este efecto puede ocasionar un continuo cambio en la superficie “contaminada” de la muestra, es decir, algunas impurezas que forman parte de la superficie de la muestra, se pueden haber depositado antes que esta fuera introducida en la pre-cámara de vacío, o bien, estas impurezas se han depositado por efecto de la pulverización de elementos desde las paredes internas de la pre-cámara debido al impacto de los electrones de alta energía y estas están siendo continuamente removidas de la superficie por el impacto del haz de electrones. Ello provoca un proceso continuo de “limpieza” de la superficie en cada barrido y con esto un cambio composicional del estado de superficie de la muestra.

En vista de los resultados obtenidos se optó por dar un valor de $G-1 = 0V$ y un valor de $G-2 = 5V$, para así evitar la distorsión que produce $G-2$, y con $G-1=0V$, aseguramos que el haz permanecerá siempre activo.

4.4.3. Medidas en función de los dos posibles ajustes de mínimo Spot.

Este experimento consiste en realizar una comparación entre los dos posibles ajustes del barrido de Energía por mínimo Spot que están disponibles en el programa desarrollado en LabVIEW (3D y 7D), para observar las diferencias que ocurren entre estos dos distintos tipos de ajustes. El tipo de muestra usado fue el mismo Platino que se usó en el experimento anterior.

En estas condiciones se realizan una serie de barridos de Energía, con el objetivo de analizar las variaciones que aparecen en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria de la muestra de Platino al usar los distintos ajustes del valor de Focus. En particular variamos el ajuste para el voltaje del Focus manteniendo constante: la distancia entre la boca del cañón y la muestra; el voltaje de $G-1$ y $G-2$; el barrido de Energía e incremento del mismo y, al igual que en los casos anteriores, realizamos dos barridos en energía, uno para la muestra polarizada (40 V) y otro para la muestra sin polarizar (0 V).

Los valores dados a cada uno de estos parámetros para la realización de este experimento son:

- Distancia entre la boca del cañón y la muestra: 2 cm.
- Voltaje de $G-1$: 0 V.
- Voltaje de $G-2$: 5 V.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

- Voltaje de polarización: para cada ajuste del valor del Focus se establecen dos voltajes polarización, 0 y 40 V.
- Barrido e incremento de Energía: el rango del barrido es de (5-700) eV con un incremento de 5 eV/s.
- Valor de Focus: se realiza por el ajuste en 3D y en 7D.

En la gráfica 4.13 se muestran los resultados de cómo varía el coeficiente de Emisión Secundaria en la muestra, en función de la energía de los electrones del haz incidente para según el tipo de ajuste de Focus seleccionado.

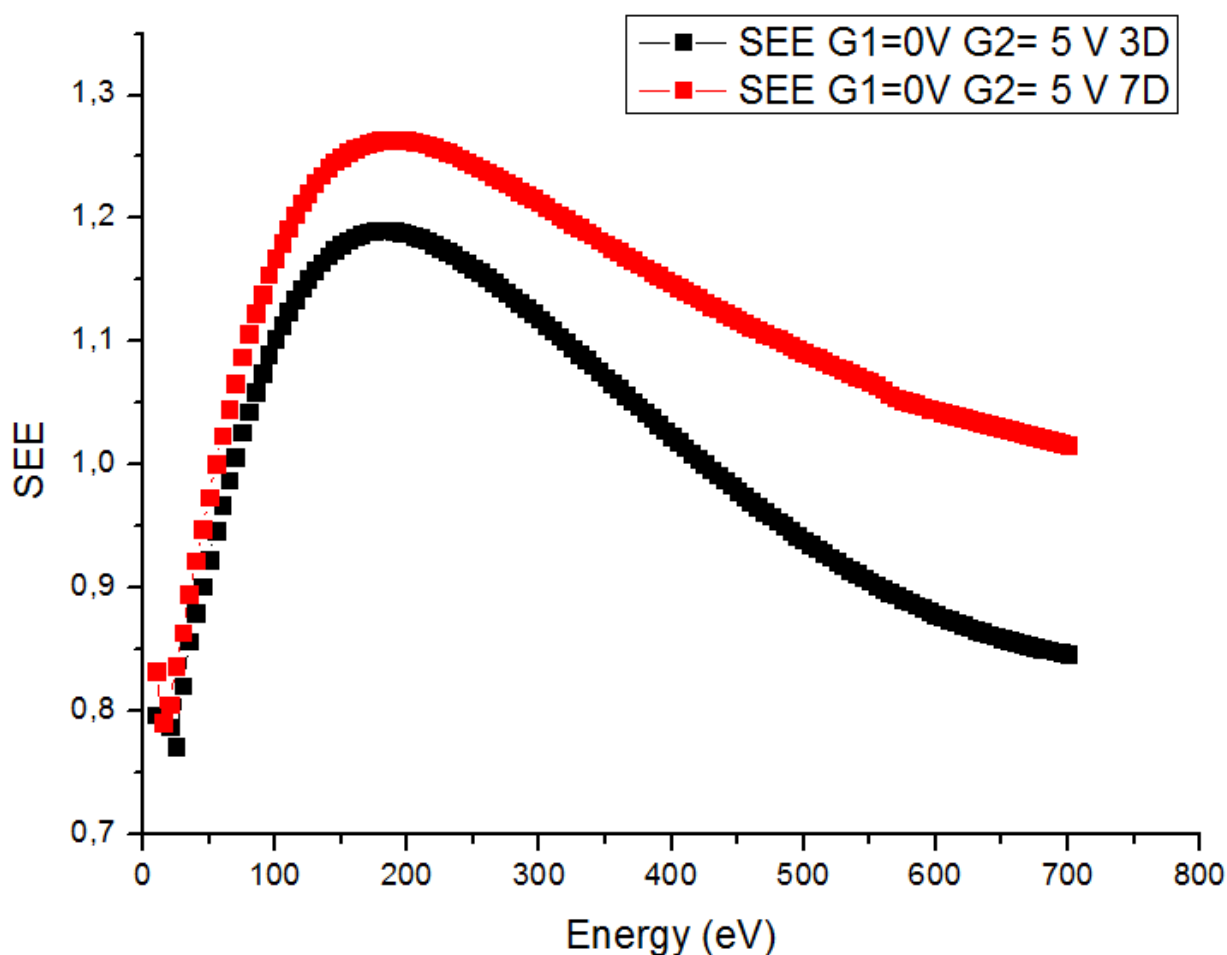


Fig. 4. 13. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para los dos distintos tipos de ajustes posibles:3D (negro) y 7D(rojo).



4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

En la figura 4.13 se observa que según el tipo de ajuste seleccionado la curva del coeficiente de Emisión Secundaria varía. Al realizar el barrido con el ajuste 7D el coeficiente máximo de Emisión Secundaria es mayor que en el ajuste 3D, aunque ambos ocurren a la misma energía del haz incidente (~ 200 eV). También se aprecia como la pendiente del coeficiente de Emisión Secundaria a partir de este valor es mayor para el ajuste 3D. Ante este resultado se opta por usar el ajuste 3D, puesto que la curva del coeficiente de Emisión Secundaria es más semejante a la curva de Emisión Universal.

4.4.4. Medidas en función de la distancia muestra-cañón.

El objetivo de este experimento es observar el efecto que se produce en el coeficiente Emisión Secundaria de una muestra, según la distancia a la que se encuentre el cañón de electrones de esta. Para ello, usamos el traslador (fig. 3.14) que se encuentra acoplado al cañón de electrones, y que permite moverlo en un rango desde 0 cm hasta 5 cm respecto a la muestra, en la dirección vertical perpendicular al plano de la muestra.

En estas condiciones se realizan una serie de barridos de Energía, con el objetivo de analizar las variaciones que aparecen en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria de la muestra de Platino al variar la distancia entre la boca del cañón y la muestra. Por ello variamos la distancia entre la boca del cañón y la muestra manteniendo constante: el voltaje de G-1 y G-2; el barrido de Energía e incremento del mismo; ajuste del valor del Focus y al igual que en los casos anteriores realizamos dos barridos en energía, uno para la muestra polarizada (40 V) y otro para la muestra sin polarizar (0 V).

Los valores dados a cada uno de estos parámetros para la realización de este experimento son:

- Distancia entre la boca del cañón y la muestra: 1, 2, 3 y 4 cm.
- Voltaje de G-1: 0 V.
- Voltaje de G-2: 5 V.
- Voltaje de polarización: para distanciar el cañón a la muestra se establecen dos voltajes polarización, 0 y 40 V.
- Barrido e incremento de Energía: el rango del barrido es de (5-700) eV con un incremento de 5 eV/s .
- Valor de Focus: se realiza por un ajuste con el polinomio 3D.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

En la gráfica 4.14 se muestran los resultados de cómo varía el coeficiente de Emisión Secundaria en la muestra, en función de la energía de los electrones del haz incidente para la distancia entre la boca del cañón y la muestra.

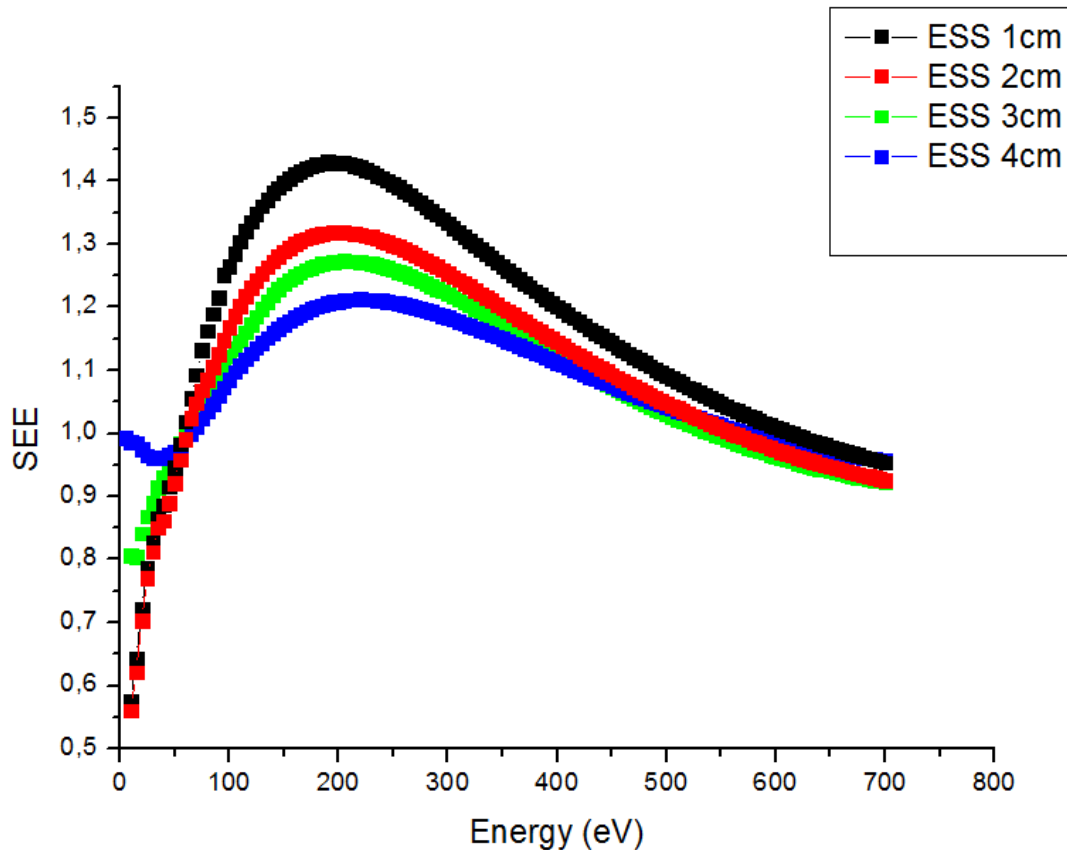


Fig. 4. 14. Coeficiente de Emisión Secundaria respecto a la energía del haz primario de electrones para distintas distancias: 1cm (negro), 2 cm (rojo), 3cm (verde) y 4cm (azul).

En las curvas de la figura 4.14 se muestra que mientras más próximo se encuentre el cañón de electrones de la muestra, mayor es el valor del coeficiente máximo de Emisión Secundaria. Una posible explicación a este fenómeno está relacionada con la distancia que el haz de electrones tiene que recorrer entre la boca del cañón de electrones y la muestra, puesto que la probabilidad de que los electrones que componen dicho haz interactúen con las partículas residuales presentes en la pre-cámara de vacío está relacionada con la distancia que estos tienen que recorrer, así, el



4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

haz de electrones alcanzará la muestra en mejores condiciones si el cañón de electrones permanece lo más próximo posible de la muestra.

La conclusión llegada en este experimento es que la distancia elegida es de 2 cm, como se había estado realizando hasta ahora, puesto que esta es la distancia a la cual el fabricante asegura que es posible obtener el mínimo Spot con el haz del cañón. Por ello se sacrifica una posible mejora a cambio de mantener el Spot del haz incidente en la menor área de muestra posible.

4.4.5. Medidas en función de los voltajes de polarización.

Este experimento tiene como objetivo determinar si el voltaje de polarización usado hasta ahora, que se encarga de polarizar a la muestra, es suficiente para atraer a través de esta a todos los electrones del haz que se desvían al chocar contra la superficie de la muestra, junto con los electrones secundarios creados en dicha superficie.

En estas condiciones se realizan una serie de barridos de Energía, con el objetivo de analizar las variaciones que aparecen en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria de la muestra de Platino al variar el voltaje de polarización de la muestra. Por ello variamos el voltaje de polarización de la muestra, manteniendo constante: el voltaje de G-1 y G-2; el barrido de Energía e incremento del mismo; el ajuste del valor del Focus; la distancia entre la boca del cañón y la muestra.

Los valores dados a cada uno de estos parámetros para la realización de este experimento son:

- Distancia entre la boca del cañón y la muestra: 2 cm.
- Voltaje de G-1: 0 V.
- Voltaje de G-2: 5 V.
- Voltaje de polarización: 30, 40, 50 y 60 V.
- Barrido e incremento de Energía: el rango del barrido es de (5-700) eV con un incremento de 5 eV/s.
- Valor de Focus: se realiza por el ajuste 3D.

En la gráfica 4.15 se muestran los resultados de cómo varía la medida de la intensidad de corriente en la muestra, en función de la energía de los electrones del haz incidente para los distintos voltajes de polarización.

4. Mejoras añadidas a la aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

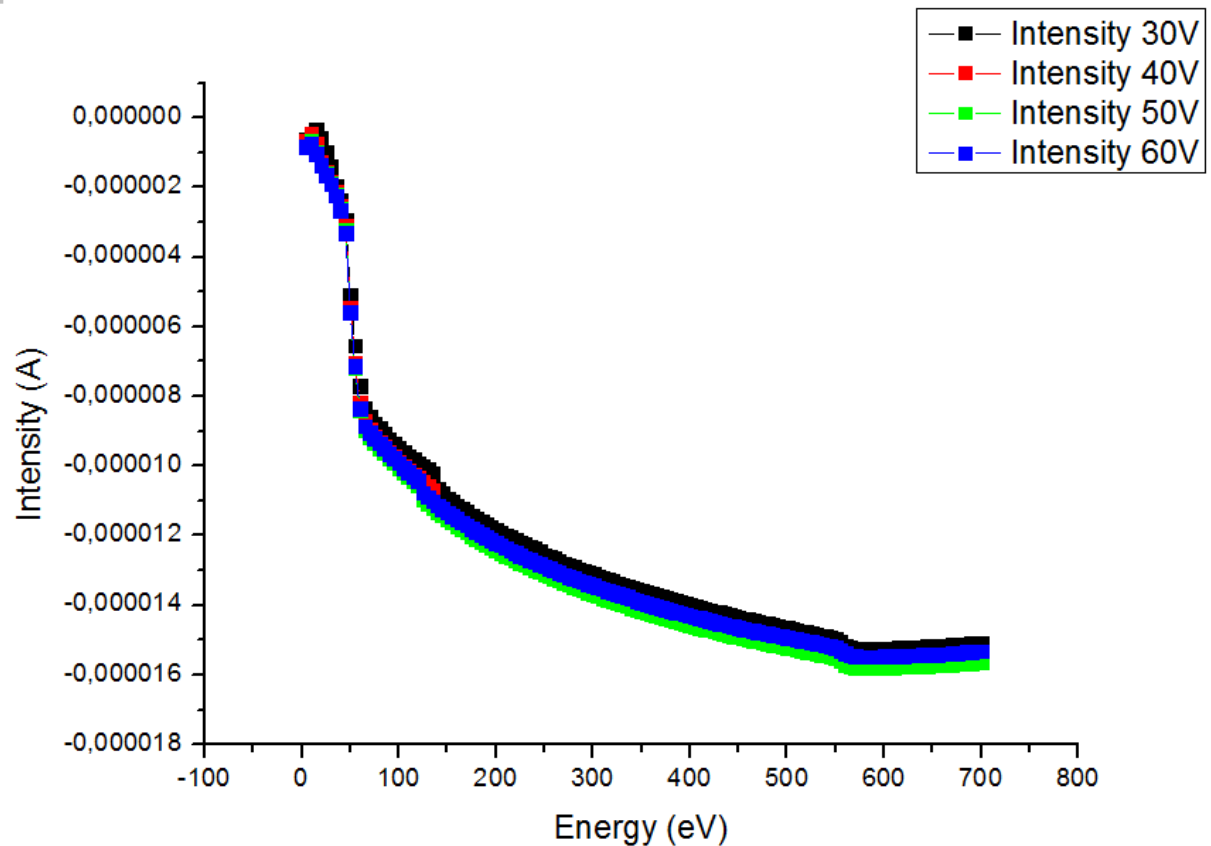


Fig. 4. 15. Medida de la intensidad de la corriente de la muestra de Platino para distintos voltajes de polarización: 30V (negro), 40V (rojo), 50V (verde) y 60V (azul).

En la figura 4.15 se muestra la intensidad de corriente que circula a través de la muestra cuando esta es polarizada con distintos voltajes. Se observa que un voltaje de polarización de 50 V es más que suficiente para atraer todos los electrones del haz incidente más los electrones secundarios emitidos por la muestra, puesto que con un voltaje de polarización de 60 V no se aprecia ninguna mejoría. Por ello, el valor de voltaje de polarización definitivo a usar es de 50 V.

4. Mejoras añadidas ala aplicación, calibración y puesta a punto del cañón ELG-2B-5352.

4.4.6. Parámetros elegidos para la configuración del cañón y de la medida del SEY.

Una vez realizados estos experimentos, y teniendo en cuenta los resultados del comportamiento de los parámetros estudiados y los valores que para estos recomienda el fabricante, decidamos asignarle a los parámetros: a) de ajustes para el haz de electrones (G-1, G-2), b) de intensidad de polarización en muestra y c) distancia de la boca del cañón de electrones a la muestra, los valores que se recogen en la tabla 4.6, junto con la corriente del filamento, que según el fabricante, es necesaria para crear el haz de electrones. Estos valores se mantendrán fijos en todos los experimentos realizados en los distintos tipos de materiales en los que abordamos de forma preliminar el estudio de la Emisión Secundaria.

G-1 (V)	G-2 (V)	Polarización (V)	Distancia cañón (cm)	Valor de Focus (V)	Corriente del filamento (A)
0	5	50	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	1.55

Tabla 4. 6. Parámetros elegidos para la calibración del cañón de electrones Kimball ELG-2B-5352.

Con estos valores se garantiza que el cañón de electrones se encuentra en las condiciones de trabajo que garantizan su mejor funcionamiento y que el estudio de la Emisión Secundaria en las muestras será realizado con una configuración del sistema de medida común para todos los materiales bajo estudio.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.**5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.**

Una vez calibrado el cañón de electrones y habiendo elegido los parámetros definitivos que se usan para la realización de las medidas que nos permiten el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria, es posible realizar un estudio sobre diferentes materiales, para observar las diferencias que aparecen entre ellos y mostrar que tipo de información se puede extraer del uso de esta técnica sobre dichos materiales.

Para realizar el estudio de la Emisión Secundaria de electrones, se han utilizado materiales que, a priori, deberían dar respuestas distintas. Por ello este estudio se divide en varias partes en función del material utilizado:

- Metales nobles: Platino de alta pureza.
- Aleaciones metálicas: colección de aceros con distintos porcentajes de concentraciones en sus componentes [8,9].
- Semiconductores: Silicios con distinta concentración de Boro.

El estudio comparativo de la Emisión Secundaria en los materiales antes mencionados lo hacemos a través de la medida de las curvas de SEY de las cuales extraemos los parámetros $E_1, E_2, E_m, \delta_m, \delta/\delta_m$ que nos permiten establecer una comparación cualitativa de la emisión de electrones secundarios en estos materiales. Los parámetros anteriormente citados fueron definidos en el apartado 2.3 del presente proyecto.

5.1. Medidas de SEY.

El proceso de medida reveló que existe un efecto “memoria del sistema” que se reflejaba en que para medidas realizadas bajo las mismas condiciones experimentales, incluidas las de presión y temperatura en la cámara de vacío, no producían los mismos resultados, mostrando cierta dependencia con la secuencia en que se realizaban los sucesivos barridos de energía, el valor de energía final que se alcanzaba en el barrido y el tiempo de espera entre barridos. Este efecto no se consiguió aislar del proceso de medida, aunque sí se estableció un procedimiento que permitiese minimizar su presencia en las medidas. Pensamos que el origen de este efecto proviene por un lado del continuo cambio de la superficie del material analizado, motivado por los sucesivos

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

bombardeos con electrones de alta energía y por otro lado, de la carga electroestática que se acumula en el sistema debido al proceso de sputtering y dispersión de los electrones que rebotan en la superficie de la muestra y quedan atrapados en las paredes interiores de la pre-cámara. Esta carga electroestática es difícil de eliminar dada las grandes dimensiones del sistema, y, que a pesar de usar un punto de masa común, no todas las partes del sistema cámara-cañón consiguen estar a un mismo potencial.

Para minimizar este efecto es necesario asegurarse que: a) que las medidas se realizan en las mismas condiciones de presión y temperatura de la pre-cámara; b) cortocircuitar la sonda de medida de corriente con el punto de tierra común del sistema antes y después de cada barrido de energía; y c) que la superficie de la muestra sea estable al bombardeo de electrones.

Si en el sistema no tenemos la posibilidad in “situ” (dentro de la pre-cámara de vacío) de limpiar la superficie de la muestra utilizando un cañón de iones o algún otro dispositivo, entonces, es posible utilizar el propio cañón de electrones para limpiar la muestra, para ello bombardeamos la superficie con un haz de electrones con la mayor energía que nos permita el cañón durante cierto tiempo (una de las conclusiones del apartado 5.1.4). En cualquier caso, no se debe dar la medida por válida hasta no conseguir la repetitividad de los resultados obtenidos de los distintos procesos de medidas realizados bajo las mismas condiciones experimentales.

En la figura 5.1 se muestra el efecto de “memoria” que se ha explicado para una muestra de Fe-14Cr-2W-0.3Ti-0.3Y₂O₃ (Aleado mecánico + HIP + Forja), la cual es caracterizada en más profundidad en el apartado 5.1.2. Se observa que las curvas de (δ vs E) obtenidas en sucesivas medidas realizadas bajo las mismas condiciones experimentales, aunque cualitativamente son similares y los valores de δ son muy parecidos en las zonas de baja energía (<150eV) y alta energía (>650 eV) respectivamente, los valores que se alcanzan de δ_{max} difieren de la primera medida (1.82) con respecto a la segunda (1.68) y menos con la cuarta medida (1.73). También puede verse como esta diferencia se atenúa entre las medidas tercera y cuarta un 1.15 %. Esto posiblemente esté relacionado con un cambio en la superficie de la muestra. Una vez que la muestra es bombardeada con electrones la primera vez, su superficie queda libre de los posibles contaminantes que no fueron eliminados durante la limpieza con ultrasonidos, o en su caso, de óxidos recrecidos durante su exposición a la atmósfera.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

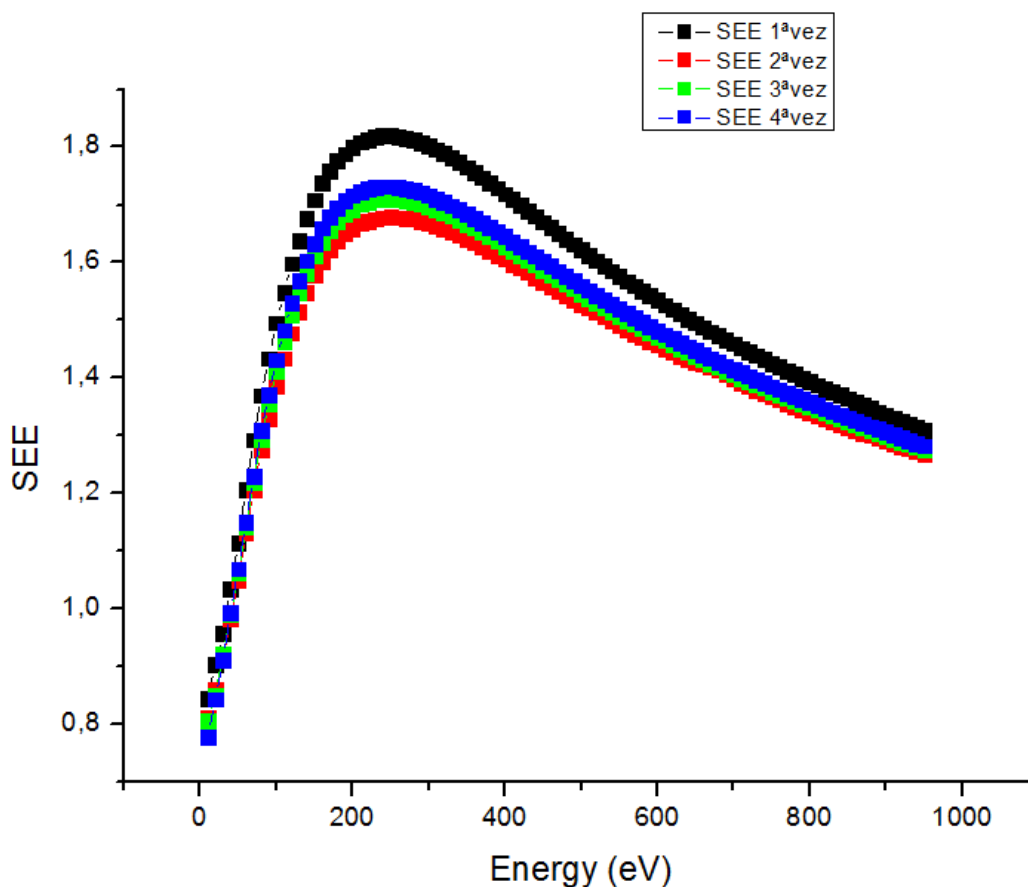


Fig 5. 1. Variación del coeficiente de Emisión Secundaria por el efecto “memoria” en una muestra de Fe-14Cr-2W-0.3Ti-0.3Y₂O₃: SEY de la primera medida realizada (negro), segunda medida (rojo), tercera medida (verde) y cuarta medida (azul).

Por otra parte, en la figura 5.2 además de observar un comportamiento parecido al de la figura 5.1, usando como muestra a estudiar el propio porta muestras, también se observa una discrepancia en el valor de δ_{max} inferior al 2 %, entre la primera y la última (cuarta) medida que fue realizada 24h después, tiempo en que la pre-cámara de vacío estuvo en condiciones de alto vacío ($< 5 \times 10^{-8}$ Torr). En este caso pensamos que la diferencia entre estos valores de δ_{max} ha disminuido dado que la carga electrostática almacenada en el sistema ha tenido tiempo suficiente para “relajarse”, disminuyendo su efecto sobre la corriente de la muestra y recuperándose así los valores de δ_{max} de la primera medida cuando la carga acumulada en el sistema por efecto del bombardeo era prácticamente despreciable.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

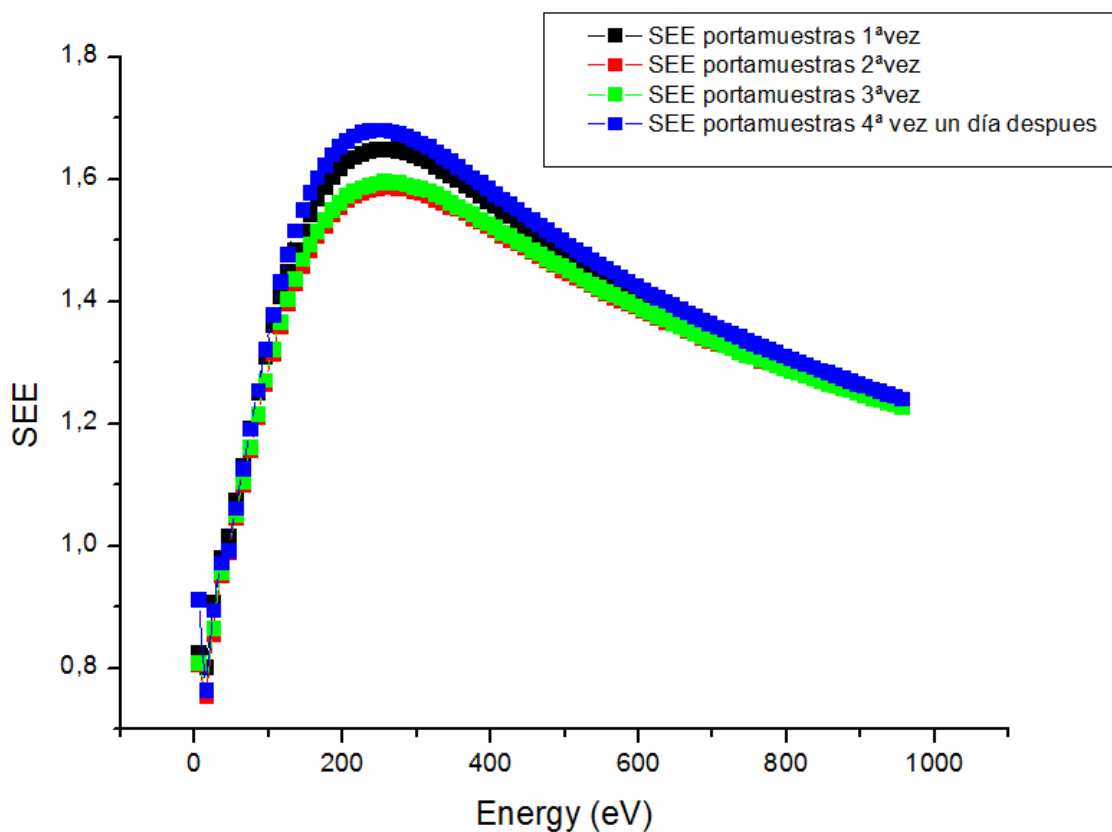


Fig 5. 2. Variación de la respuesta del coeficiente de Emisión Secundaria por efecto de la “relajación” de la carga electroestática presente en el sistema para el porta muestras: SEY de la primera medida realizada (negro), segunda medida (rojo), tercera medida (verde) y cuarta medida: realizada un día más tarde (azul).

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

5.1.1. Metales nobles de alta pureza: Platino.

Para realizar este experimento se usó platino de alta pureza (99.99%), ya que al ser un material muy conductor la profundidad a la cual los electrones del haz primario pueden crear electrones secundarios que puedan “escapar” debería ser mayor que en otros metales, y este efecto debería verse reflejado en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria.

El resultado que se muestra figura 5.3 para la dependencia del coeficiente de Emisión Secundaria con la energía del haz incidente en el Platino se obtuvo realizando las medidas con la configuración de los parámetros que se recogen en la tabla 5.1.

G-1 (V)	G-2 (V)	Polarización (V)	Distancia cañón (cm)	Valor de Focus (V)	Barrido de Energía
0	5	0	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 700 eV $\Delta E: 5 \text{ eV/s}$
0	5	50	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 700 eV $\Delta E: 5 \text{ eV/s}$

Tabla 5. 1. Tabla de los experimentos realizados (I).

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

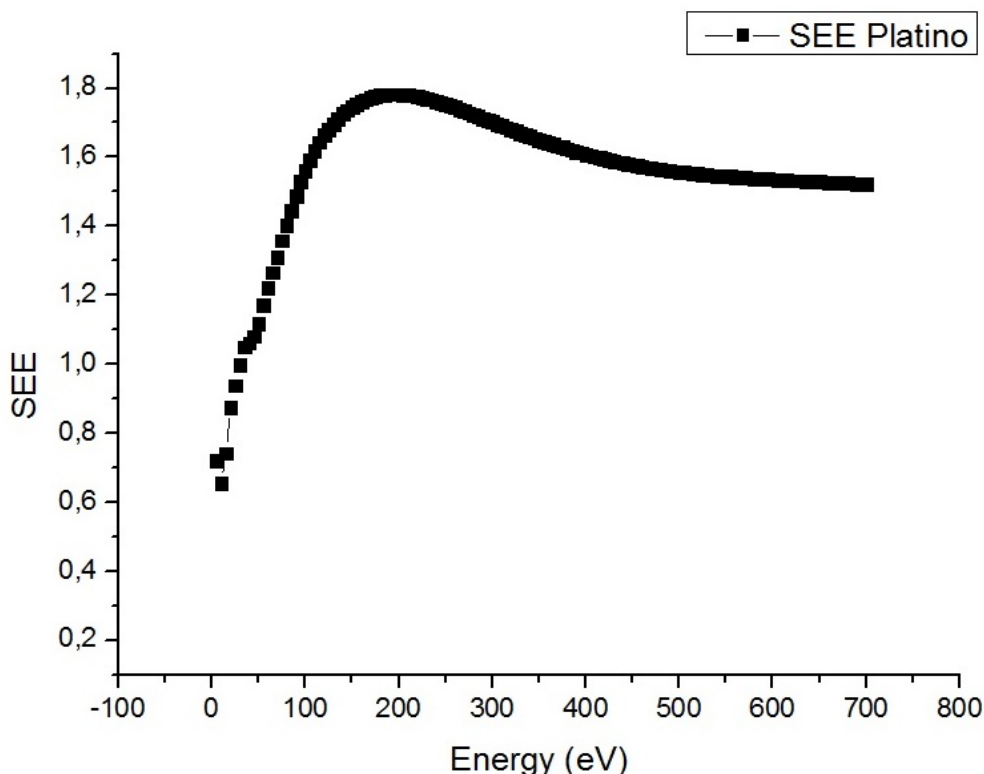


Fig 5. 3. Coeficiente de Emisión Secundaria de Electrones para una muestra de Pt en función de la energía del haz primario.

En la curva del coeficiente de Emisión Secundaria de la muestra de Platino analizada se aprecia como el coeficiente crece conforme aumenta la energía del haz de forma cuasi-lineal hasta alcanzar un valor máximo aproximado de 1.8 a 200 eV. Una vez alcanzado este valor, el coeficiente de emisión secundaria decae para valores más altos de energía con una tendencia a estabilizarse en torno a 1.5 lo cual no es un resultado esperado, ya que como comentamos en el apartado 2.1 cuando la energía de los electrones incidentes es lo suficientemente alta, los electrones secundarios son creados a una profundidad mayor que la profundidad de escape y por lo tanto no pueden escapar del material bombardeado, haciendo que su coeficiente de Emisión Secundaria tienda a cero para valores altos de energía.

Sin embargo este aparente desacuerdo se puede justificar si tenemos en cuenta que la muestra analizada corresponde con un platino de muy alta pureza (99.99%), con una resistividad muy baja ($10.60 \times 10^{-8} \Omega m$) esto hace que los electrones secundarios creados en capas muy internas de este tengan la suficiente energía para

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

escapar del material, por lo que el coeficiente de Emisión Secundaria del Platino disminuye muy lentamente.

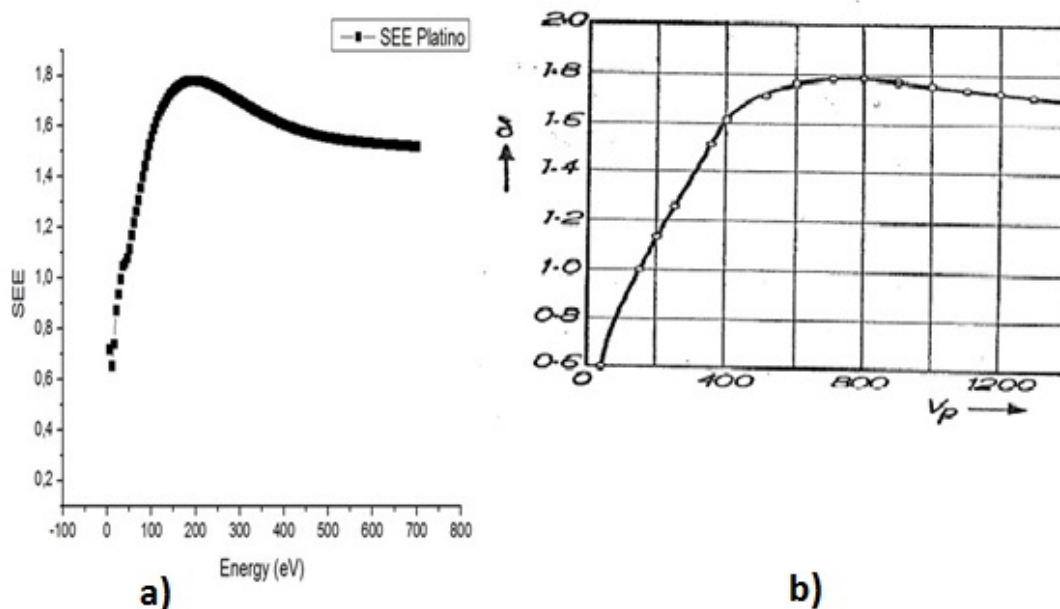


Fig 5. 4. Curvas del coeficiente de Emisión Secundaria: a) Platino de alta pureza, b) Platino perteneciente a la referencia [1].

	E_1	E_m	δ_m
Platino usado	30 eV	200 eV	1,782
Platino referencia	~ 150 eV	~ 700 eV	$\sim 1,8$

Tabla 5. 2. Tabla de parámetros del Platino de alta pureza usado en el laboratorio y Platino perteneciente a la referencia [1].

En la figura 5.4 y tabla 5.2 se muestran los resultados de la muestra medida con los resultados obtenidos por otros investigadores [1]. Se aprecia que los valores obtenidos en nuestra muestra y los obtenidos en uno de los estudios previamente realizados por otros investigadores no coinciden. Estas diferencias podrían tener relación con nivel de pureza del platino utilizado ya que nosotros no encontramos la pureza del mismo en la referencia citada. Por otra parte, tampoco encontramos datos en esta referencia de la calidad del pulido mecánico de la superficie de la muestra utilizada en sus estudios, cuando es bien aceptado que esta influye en la Emisión

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

Secundaria del material. En nuestro caso la muestra de platino utilizada estaba pulida a “espejo”.

Por estas razones pensamos que hacer una comparación más allá del aspecto cualitativo de los resultados para la dependencia de coeficiente SEY con la energía del haz en nuestra muestra con la de la referencia carece de sentido. Aun así, es de destacar la similitud obtenida para el valor del coeficiente máximo de Emisión Secundaria (1.8). Nosotros pensamos a la luz de estos comentarios y que como resultado preliminar, nuestras medidas en el platino pueden considerarse correctas.

5.1.2. Medidas en Aceros.

En este apartado se presentan las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria de una serie de aceros procesados en el Departamento de Física mediante una ruta pulvimetalúrgica[8-9] junto con una muestra de Acero tipo 304 (Fe-18Cr-8Ni). En la tabla 5.3 se resumen las características de dichos aceros:

Muestra	Proceso
304	-
Fe-14Cr-2W-0.3Ti-0.3Y ₂ O ₃	Aleado mecánico + HIP + Forja [8]
Fe-14Cr	Aleado mecánico + SPS [9]
Fe-14Cr-0.3Y ₂ O ₃	Aleado mecánico + SPS [9]
Fe-14Cr-0.3Y ₂ O ₃	Aleado mecánico + HIP + Forja [8]

Tabla 5. 3. Características de los Aceros analizados.

Los resultados que se muestran figura 5.5 para la dependencia del coeficiente de Emisión Secundaria con la energía del haz incidente en la colección de aceros se obtuvieron realizando las medidas con la configuración de los parámetros que se recogen en la tabla 5.4.

G-1 (V)	G-2 (V)	Polarización (V)	Distancia cañón (cm)	Valor de Focus (V)	Barrido de Energía
0	5	0	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 955 eV $\Delta E: 5 \text{ eV/s}$

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

0	5	50	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 955 eV $\Delta E: 5 \text{ eV/s}$
---	---	----	---	---	---

Tabla 5. 4. Tabla de los experimentos realizados (II).

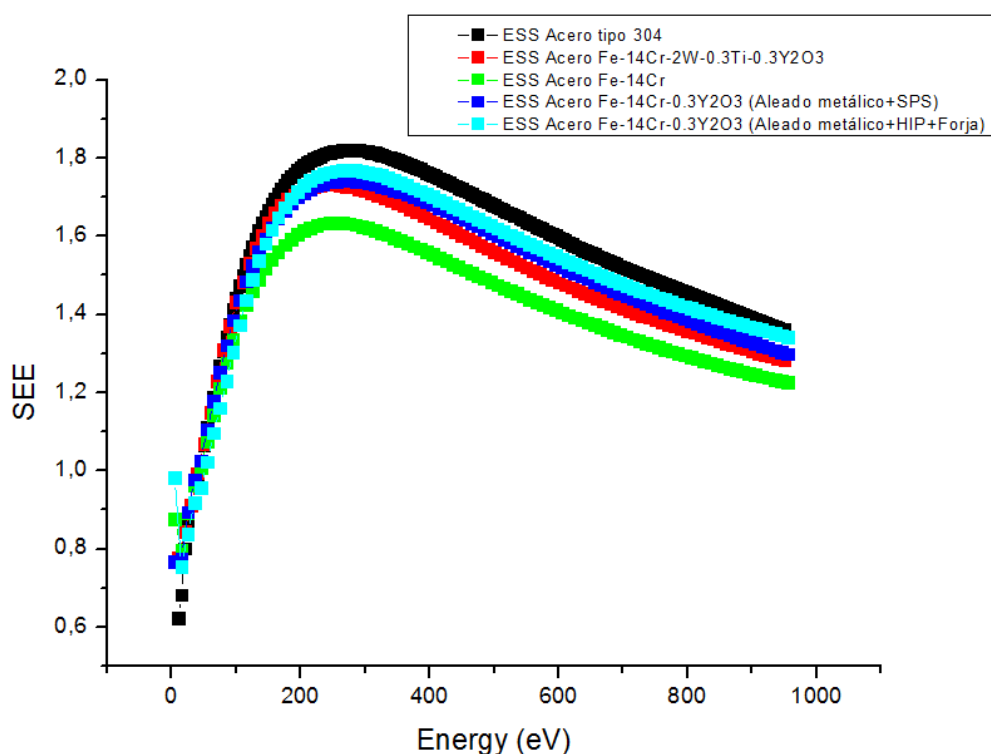


Fig 5. 5. Coeficiente de Emisión Secundaria de Electrones de los aceros analizados: 304 (negro); Fe-14Cr-2W-0,3Ti-0,3Y₂O₃ (rojo); Fe-14Cr (verde); Fe-14Cr-0,3Y₂O₃ (Aleado mecánico + SPS) (azul); Fe-14Cr-0,3Y₂O₃ (Aleado mecánico + HIP + Forja) (cian).

Tipos de Acero	E_1	E_m	δ_m	E_2
304	40eV	280eV	1,82	-
Fe-14Cr-2W-0,3Ti-0,3Y ₂ O ₃	40eV	240eV	1,732	-
Fe-14Cr	45eV	255eV	1,635	-
Fe-14Cr-0,3Y ₂ O ₃ (Aleado mecánico + SPS)	40eV	275eV	1,742	-
Fe-14Cr-0,3Y ₂ O ₃ (Aleado mecánico + HIP + Forja)	40 eV	280eV	1,783	-

Tabla 5. 5. Parámetros extraídos de las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

En la figura 5.5y tabla 5.5 se observa que las diferencias en la composición de los aceros analizados no producen variaciones importantes en las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria. Por lo que el comportamiento de estos aceros, dadas las diferencias en la composición de estos, no se pueden relacionar a la Emisión Secundaria del material en volumen.

La figura 5.6 muestra la curva del coeficiente de Emisión Secundaria del Acero tipo 304 obtenida por nosotros, y la curva teórica del coeficiente de Emisión Secundaria del mismo acero obtenida por medio de las simulaciones de MonteCarlo [3].

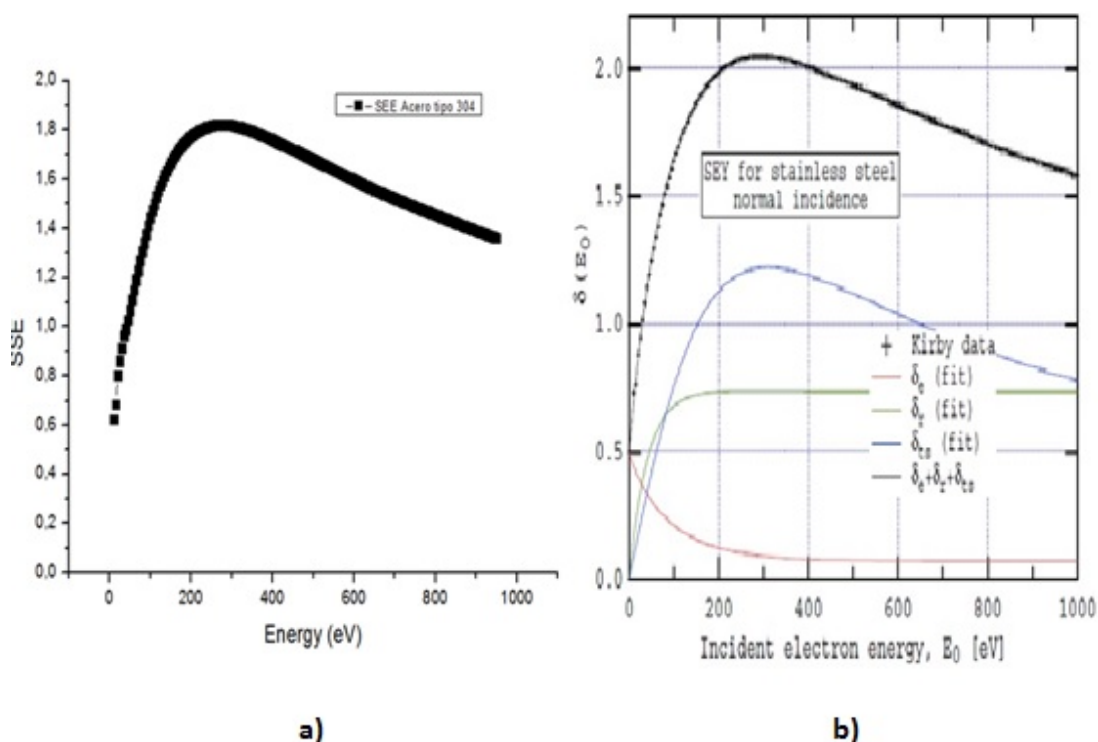


Fig 5. 6. SEY del acero 304: a) obtenido en este experimento, b) obtenido usando simulaciones de MonteCarlo [3].

Tipos de Acero	E_1	E_m	δ_m
304 experimental	40eV	280eV	1,82
304 MonteCarlo	$\sim 50 \text{ eV}$	$\sim 300 \text{ eV}$	~ 2

Tabla 5. 6. Tabla de parámetros del acero 304: obtenidos en este experimento; extraídos de las simulaciones de MonteCarlo [3].

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

Realizando una comparación entre las dos gráficas presentadas en figura 5.6 y usando la tabla 5.6, se aprecia que ambas curvas son muy similares entre sí, tanto a nivel cuantitativo como cualitativo, siendo los parámetros característicos también bastante similares. Este resultado permite afirmar que el método empleado para el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria es válido.

5.1.3. Semiconductores: Silicios.

En este apartado se muestran los resultados obtenidos al realizar las medidas que nos permiten calcular el coeficiente de Emisión Secundaria en dos muestras de silicio monocristalino de tipo n dopado con boro y diferente nivel de dopaje, que fueron suministrados por el fabricante SI-MAT (www.si-mat.com). La diferencia en la concentración de boro hace que las muestras tengan diferente valor para su resistividad eléctrica. En particular las muestras estudiadas tienen una orientación [100] y un espesor de orden 500 μm . Como se observa en la figura 5.7 las muestras se etiquetaron como Si(A) y Si(B) con resistividades de 1-3 (ohm/cm) y 50-70 (ohm/cm) respectivamente.

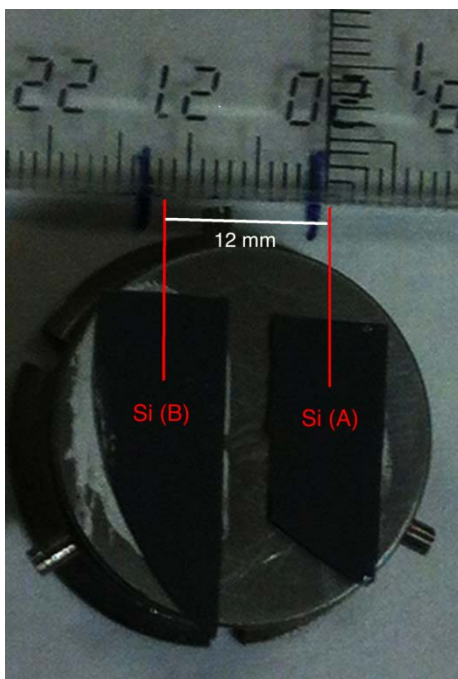


Fig 5. 7. Soporte con las dos muestras pegadas de silicio. Si(A) y Si(B) con diferente resistividad eléctrica.



5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

Los parámetros de configuración para las medidas el cálculo del coeficiente de Emisión Secundaria de estas dos muestras de silicio están descritos en la tabla 5.7, mientras que los resultados obtenidos de estas medidas se muestran en la figura 5.8 y tabla 5.8:

G-1 (V)	G-2 (V)	Polarización (V)	Distancia cañón (cm)	Valor de Focus (V)	Barrido de Energía
0	5	0	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 955 eV $\Delta E: 10 \text{ eV/s}$
0	5	50	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 955 eV $\Delta E: 10 \text{ eV/s}$

Tabla 5. 7. Tabla de los experimentos realizados (III).

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

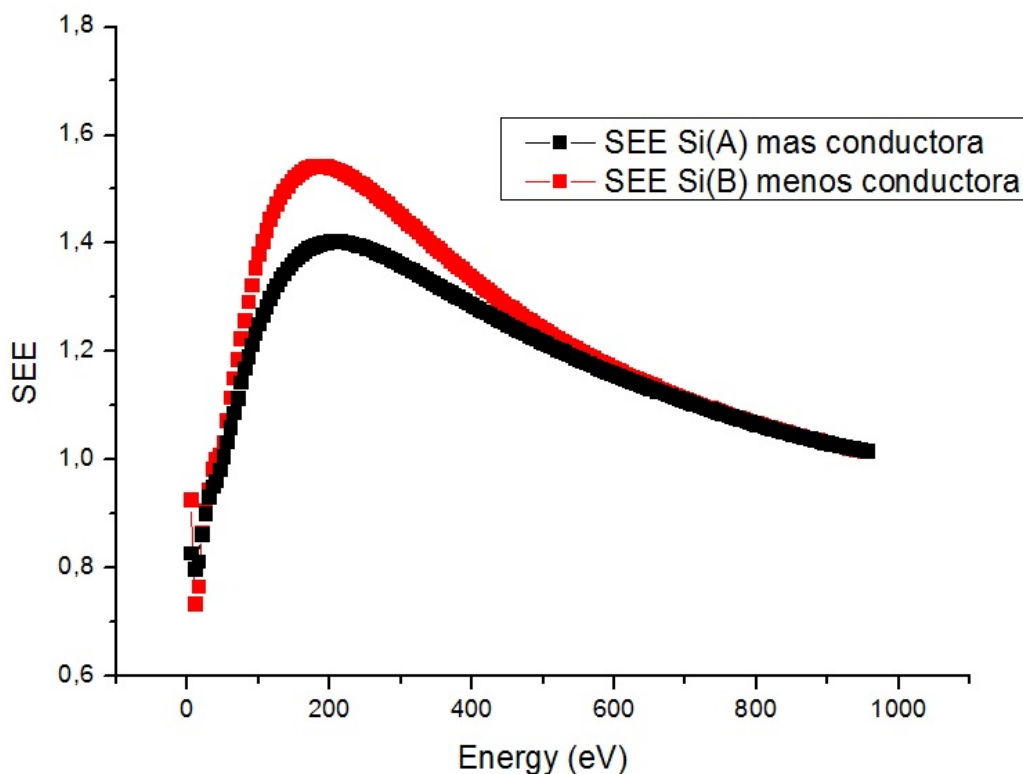


Fig 5. 8. Coeficiente de Emisión Secundaria de los dos tipos de Silicio analizados: Si(A) (negro), Si(B) (rojo).

Muestra	E_1	E_m	δ_m
Si(A)	50eV	205eV	1,423
Si(B)	40eV	190eV	1,543

Tabla 5. 8. Tabla de los parámetros obtenidos en ambos Silicios.

En la figura 5.8 y tabla 5.8 se observa que la respuesta de los dos tipos silicios es distinta. Se observan variaciones que se producen desde los ~ 50 eV hasta ~ 700 eV, donde el silicio menos conductor, con menor concentración de Boro, Si(B) tiene valores del coeficiente de Emisión Secundaria mayores que el del silicio más conductor, Si(A). Ambas muestras fueron observadas en el microscopio óptico y revelaron tener una calidad mecánica de su superficie semejante, prácticamente con el mismo estado de pulido mecánico, además, ambas muestras tienen la misma orientación cristalográfica. De aquí que preliminarmente podamos decir que las

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

variaciones que se observan pueden estar relacionadas con la conductividad eléctrica de las muestras, que a su vez, está fuertemente relacionada con la concentración de Boro que ambas poseen. También se observa que para altas energías la respuesta de ambos silicios es la misma, lo que puede ser indicativo de la homogeneidad del dopante en las capas más internas de las muestras.

Para confirmar los porcentaje de composición (concentración de boro) de las muestras de silicio estudiadas, estas fueron analizadas mediante la técnica microscopia electrónica de barrido, (Scanning Electron Microscope) SEM. Con esta técnica es posible obtener imágenes de la superficie de un material bombardeándola con un haz de electrones. Estos electrones interactúan con la muestra, produciendo varias señales que pueden ser detectadas y que contienen información sobre la topografía de la superficie y su composición. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 5.9:

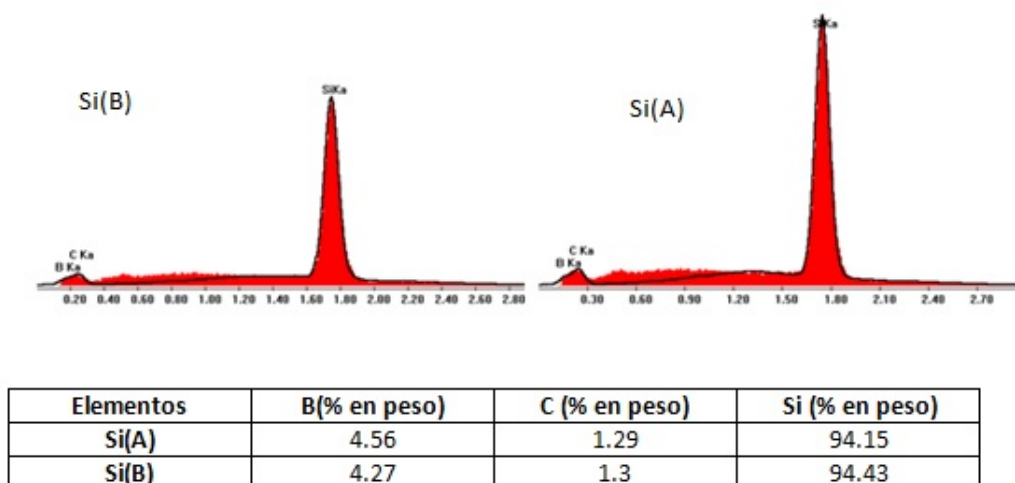


Fig 5. 9. Gráficos de análisis en el SEM del Si(A) y Si(B) y tabla con sus composiciones en peso.

Como se muestra en la figura 5.9 no es posible observar variaciones sustanciales en la composición de Boro de ambos Silicios, esto es debido a que al estar el pico de detección del Boro muy cerca del umbral de medición del SEM, este es muy difícil de captar. Pero el porcentaje de Boro en el Si(A) debe ser mucho mayor vistas las diferencias que aparecen en su coeficiente de Emisión Secundaria.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.**5.1.4. Medidas en el Porta muestras.**

Este experimento, fue realizado con el objetivo de determinar la influencia que tiene la calidad mecánica de la superficie (estado de pulido mecánico) de las muestras en los valores de su coeficiente de Emisión Secundaria.

Para ello, se estudió el coeficiente de Emisión Secundaria del soporte que se introduce en el porta muestras con dos estados diferentes de la calidad mecánica de su superficie: su estado inicial con alta rugosidad (escaso pulido mecánico); y después de someter la superficie de este a un proceso de pulido para eliminar las rugosidades de su superficie y conseguir una superficie espejo.

El proceso de pulido se realizó con una máquina LaboPol de Struers con dos discos que giran a una velocidad de 300 rpm. El tipo de lija utilizado y la secuencia en que aplicaron a la muestra es el siguiente:

- Pulido con lija de SiC de 400.
- Pulido con lija de SiC de 800.
- Pulido con lija de SiC de 1000.
- Pulido con paño en suspensión de alúmina de $1\ \mu m$.
- Pulido con paño en sílice de $1\ \mu m$.

El proceso de pulido se realizó usando lijas de granos de mayor tamaño (400) y posteriormente disminuyendo el tamaño del grano (1000). Este proceso es el adecuado para eliminar primero las rugosidades de mayor tamaño y luego ir perfeccionando la superficie poco a poco. Con este procedimiento se consigue un pulido a espejo del soporte que se introduce en el porta muestras.

Para valorar el estado final de la superficie después de cada proceso de pulido se utilizó un microscopio óptico modelo Nikon Eclipse ME600. En la figura 5.10 se muestra una imagen del microscopio óptico que corresponde a la superficie del soporte que se introduce en el porta muestras cuando se alcanzó el estado de pulido espejo. Como se aprecia en la figura, el tamaño de los granos que forman la superficie del soporte varía desde $350\ \mu m$ hasta $500\ \mu m$.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

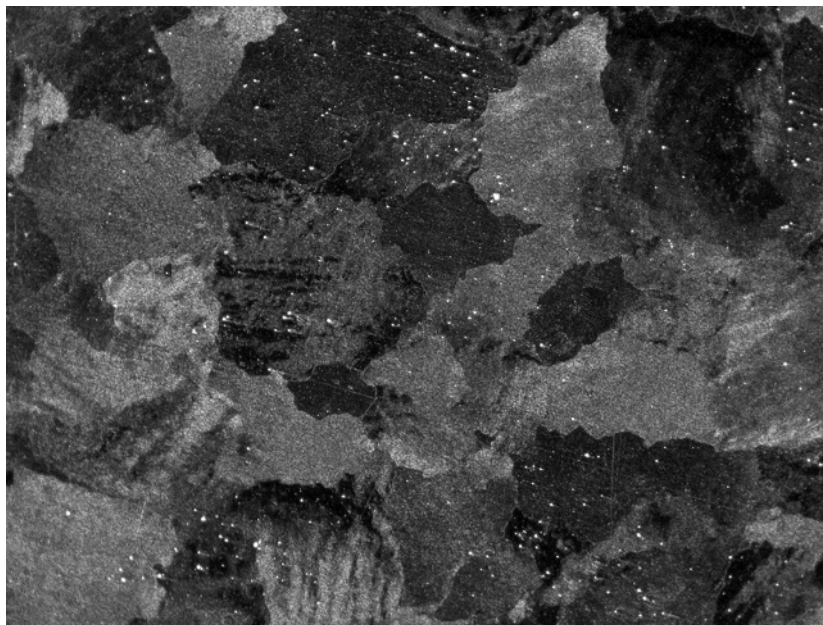


Fig 5. 10. Imagen de la superficie pulida del soporte usando el microscopio óptico.

Los experimentos realizados para obtener las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria del soporte pulido a espejo y sin pulir se muestran en la tabla 5.9:

G-1 (V)	G-2 (V)	Polarización (V)	Distancia cañón (cm)	Valor de Focus (V)	Barrido de Energía
0	5	0	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 955 eV $\Delta E: 5 \text{ eV/s}$
0	5	50	2	Barrido de Energía con mínimo spot usando el ajuste 3D.	Rango: 5 – 955 eV $\Delta E: 5 \text{ eV/s}$

Tabla 5. 9. Tabla de los experimentos realizados (IV).

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

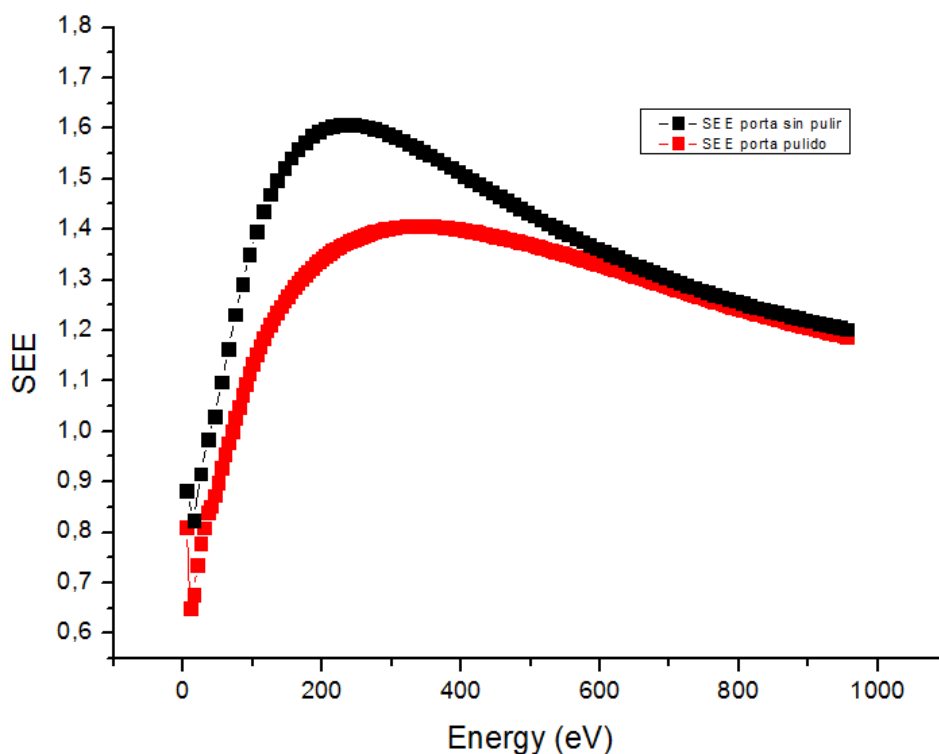


Fig 5. 11. Gráficas del SEY: soporte pulido (rojo); soporte sin pulir (negro).

En la figura 5.11 se observa el efecto crítico que tiene el estado de la superficie de la muestra sobre el coeficiente de Emisión Secundaria. En dicha figura se aprecian respuestas muy diferentes en el rango desde 50 a 600 eV, donde el valor máximo del SEY de la superficie sin pulir es más alto que el de la superficie pulida a espejo. Por otra parte, los valores del coeficiente a altas energías del haz de electrones (>600 eV) son muy similares, mostrando que el interior del soporte que se introduce en el porta muestras no ha cambiado debido al efecto del pulido, esto puede ser indicativo de que estas variaciones observadas en el rango de energía entre 50 a 600 eV pueden estar relacionadas con el estado o calidad mecánica de la superficie.

La tabla 5.10 se recogen los valores de los parámetros que nos permiten comparar ambas curvas, haciendo evidente las diferencias comentadas anteriormente. En particular, los valores de E_1 y de E_m del soporte sin pulir son menores que los valores del soporte pulido, mientras que el valor de δ_m es un 17.43% mayor en el soporte sin pulir.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

	E_1	E_m	δ_m
Soporte sin pulir	45eV	245eV	1,681
Soporte con pulido	80eV	355eV	1,388

Tabla 5. 10. Tabla de los parámetros obtenidos en el soporte pulido y sin pulir.

Los resultados de estas medidas evidencian la influencia que tiene el estado mecánico de la superficie en el coeficiente de Emisión Secundaria de la muestra. Señalemos que la técnica de medida del SEY es una técnica de caracterización superficial y así lo reflejan los resultados obtenidos, es decir, el estado de la superficie juega un papel importante en la creación y emisión de electrones secundarios desde la superficie del material en cuestión.

Con el soporte, que se introduce en el porta muestras, pulido se realizó un segundo experimento con el objetivo de estudiar el efecto que los “altos” potenciales de G-2 tienen sobre el coeficiente SEY de este soporte. En el apartado 3.2.1 se explicó que el potencial de G-2 controla la densidad del haz de electrones, por lo que a mayor voltaje de G-2, mayor será el número de electrones que con una determinada energía llegan al área de la superficie iluminada por el haz.

Se realizaron una serie de barridos de Energía, con el objetivo de analizar las variaciones que aparecen en la curva del coeficiente de Emisión Secundaria del soporte pulido al variar el potencial de G-2 manteniendo constante: la distancia entre la boca del cañón y la muestra; el voltaje de G-1; el barrido de Energía e incremento del mismo; realizándose dos barridos en energía, uno para la muestra polarizada (50 V) y otro para la muestra sin polarizar (0 V).

Los valores dados a cada uno de estos parámetros para la realización de este experimento son:

- Distancia entre la boca del cañón y la muestra: 2 cm.
- Voltaje de G-1: 0 V.
- Voltaje de polarización: para cada ajuste del valor del Focus se establecen dos voltajes polarización, 0 y 50 V.
- Barrido e incremento de Energía: el rango del barrido es de (5-955) eV con un incremento de 5 eV/s.
- Valor de Focus: se realiza por un ajuste 3D.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

- Voltaje de G-2: se realizaron barridos con $G-2 = 5V$ hasta asegurar la repetitividad de los valores del SEY del soporte pulido, posteriormente se incrementó este valor a $G-2 = 50V$ para realizar un único barrido, después de este se volvió a realizar otro barrido con $G-2 = 5V$, para observar los cambios ocurridos en el soporte a causa del bombardeo con $G-2 = 50V$.

En la figura 5.12 se muestran los coeficientes de Emisión Secundaria del soporte pulido para cada una de las medidas descritas.

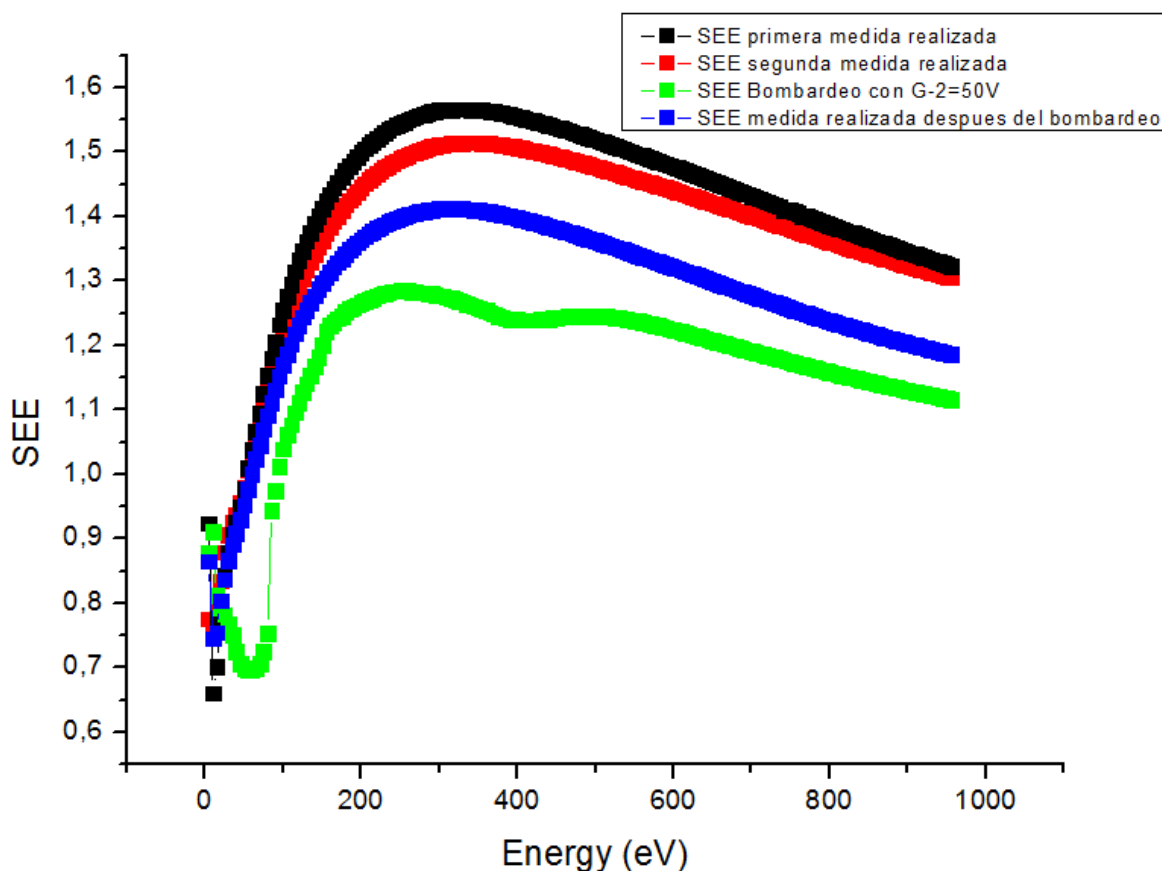


Fig 5. 12. SEY del soporte pulido: 1ª medida: $G-2 = 5V$ (negro); 2ª medida: $G-2 = 5V$ (rojo); 3ª medida: $G-2 = 50V$ (verde); 4ª medida: $G-2 = 5V$ (azul).

En la figura 5.12 se muestra, primeramente, como el valor del coeficiente de Emisión Secundaria del soporte pulido permanecía “estabilizado” en las dos primeras medidas (curva negra y roja), mientras que después del bombardeo con un valor de $G-2 = 50V$ su respuesta varía significativamente (curva azul). Aunque el aspecto cualitativo parece ser el mismo, los valores que se obtienen para el coeficiente δ son significativamente inferiores en el rango de energía entre 200 y 800 eV. Por otra parte

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

la presión parcial en la pre-cámara durante el proceso de bombardeo varió aproximadamente en un orden de magnitud, pasando de $2.3 \times 10^{-8} \text{ Torr}$ a $1 \times 10^{-7} \text{ Torr}$. Esta variación indica que el haz de electrones procedente del cañón estaba arrancando partículas de la superficie del soporte, produciendo así un efecto de limpieza en condiciones de alto vacío de la superficie. En esta limpieza se podrían estar eliminando aquellos elementos contaminantes u óxidos recrecidos que permanecían adheridos en la superficie del soporte y no fueron removidos en el proceso de ultrasonidos antes de introducir el soporte en la pre-cámara de vacío.

Debido a los cambios observados en la presión parcial de la pre-cámara durante el bombardeo con el haz de alta energía, decidimos realizar un análisis del vacío residual que nos permitiese saber cuáles eran los elementos componentes del vacío y cuyas concentraciones habían aumentado, siendo los responsables del aumento de la presión en el sistema UHV. Para ello como se explicó en el apartado 3.3.2 se usó el espectrómetro de masas. Los resultados de los espectros obtenidos antes y después de bombardear la muestra no mostraron diferencias interesantes. Pensamos que esto se debe por un lado, a la configuración en la alineación entre la entrada del cuadrupolo y la brida de conexión, a través de la cual están obligadas a viajar las partículas expulsadas desde la superficie del soporte por efecto de la succión de la bomba iónica, y por otro lado debido a la rápida recuperación de los valores de la presión en la pre-cámara antes de realizar el bombardeo de la superficie del soporte.

Para confirmar este efecto de “limpieza” de la superficie, se volvió a realizar el mismo experimento. Los resultados obtenidos se presentan en la figura 5.13:

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

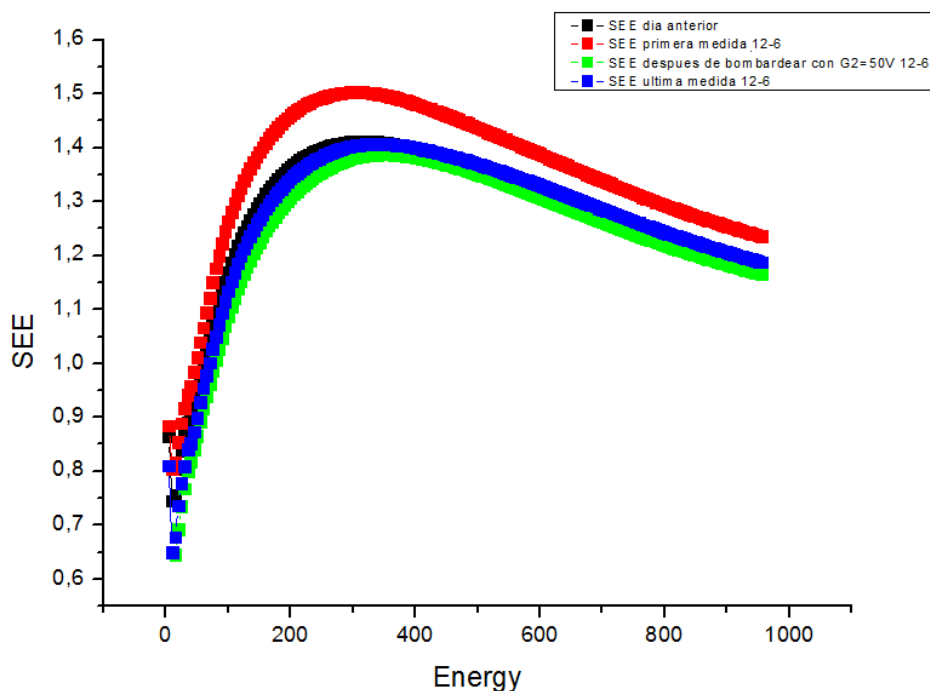


Fig 5. 13. SEY del soporte pulido: última medida realizada en el anterior experimento (curva azul en la figura 5.12): $G-2 = 5V$ (negro); 1ª medida: $G-2 = 5V$ (rojo); 2ª medida: $G-2 = 50V$ despues de realizar el barrido con $G-2 = 50V$ (verde); 3ª medida: $G-2 = 5V$ (azul).

Como se observa en la figura 5.13, el efecto descrito en la figura 5.12 vuelve a estar presente. Además se puede ver, que las curvas del SEY obtenidas después de realizar el barrido de energía con $G-2 = 50V$ (verde y azul) coinciden con la obtenida en el anterior experimento (negro). Por otra parte la presión parcial del sistema de UHV durante la realización del barrido de energía con $G-2 = 50V$ varió de manera muy similar a la del anterior experimento.

De aquí que nosotros pensamos que el proceso de bombardeo con el cañón de electrones en un valor de $G-2=50V$ o mayor, podría ser utilizado como alternativa a la instalación de un cañón de iones para la limpieza “in situ” de la superficie de las muestras. Podríamos considerarlo como un tratamiento previo a la realización de las medidas que permiten calcular el coeficiente de Emisión Secundaria.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

5.2. Análisis y discusión de los resultados.

En este apartado se analizan los resultados obtenidos en las curvas del SEY de los distintos materiales estudiados en el apartado 5.1. Para ello, además de presentar sus curvas del coeficiente de Emisión Secundaria características de cada material, se presentan las curvas reducidas o normalizadas de los mismos.

La figura 5.14 muestra las distintas curvas del coeficiente de Emisión Secundaria obtenidas tras el análisis de los metales estudiados, observándose que cada material tiene una respuesta característica y, más o menos diferenciada de los otros tipos de metales.

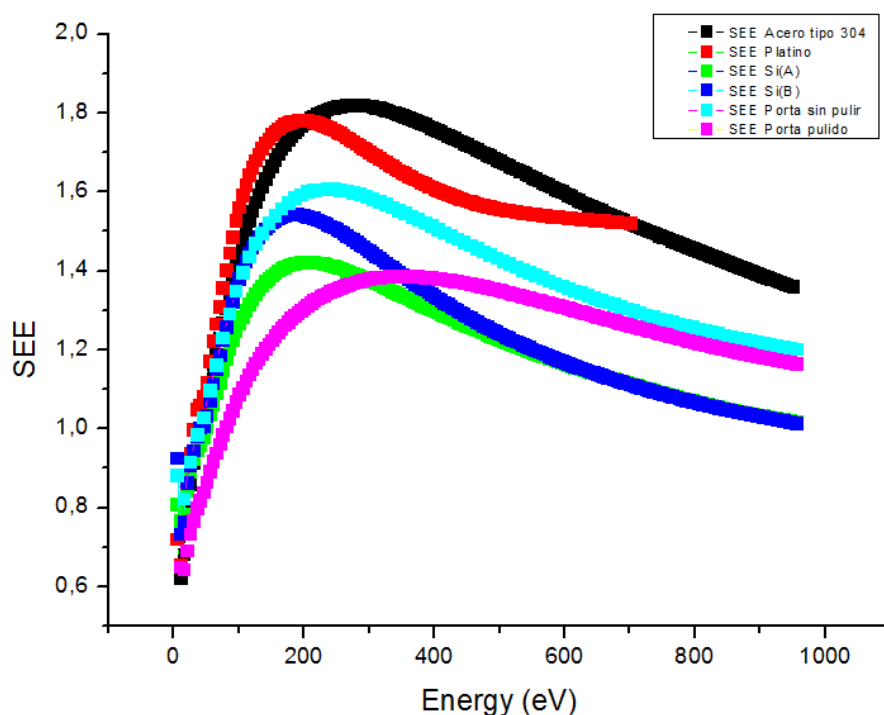


Fig 5. 144. Curvas de SEY los materiales analizados: Acero 304 (negro), Platino (rojo), Si(A) (verde), Si(B) (azul), soporte sin pulir (cian) y soporte pulido (magenta).

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

En la tabla 5.11 se muestran los valores del coeficiente máximo de Emisión Secundaria de cada metal analizado y a la energía a la que este coeficiente máximo se produce, estos valores permiten el cálculo de las curvas del coeficiente normalizado de Emisión Secundaria:

Elemento	E_m	δ_m
Type 304	280eV	1,82
Platino	200 eV	1,782
Si(A)	205eV	1,423
Si(B)	190eV	1,543
Soporte sin pulir	245eV	1,681
Soporte pulido	355eV	1,388

Tabla 5. 111. Valores de Energía donde se produce el coeficiente máximo de Emisión Secundaria y valor de este para los materiales analizados.

La figura 5.15 muestra los valores normalizados de las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria para los materiales analizados, respecto a los valores del coeficiente máximo de Emisión Secundaria y del valor de energía al que este valor se produce. En esta figura se observa que todos los materiales presentados, independientemente de su curva del coeficiente de Emisión Secundaria, al ser normalizadas sus curvas características, la respuesta de estos es muy similar siguiendo el comportamiento de la curva de Emisión Universal descrita en el apartado 2.3.2.

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

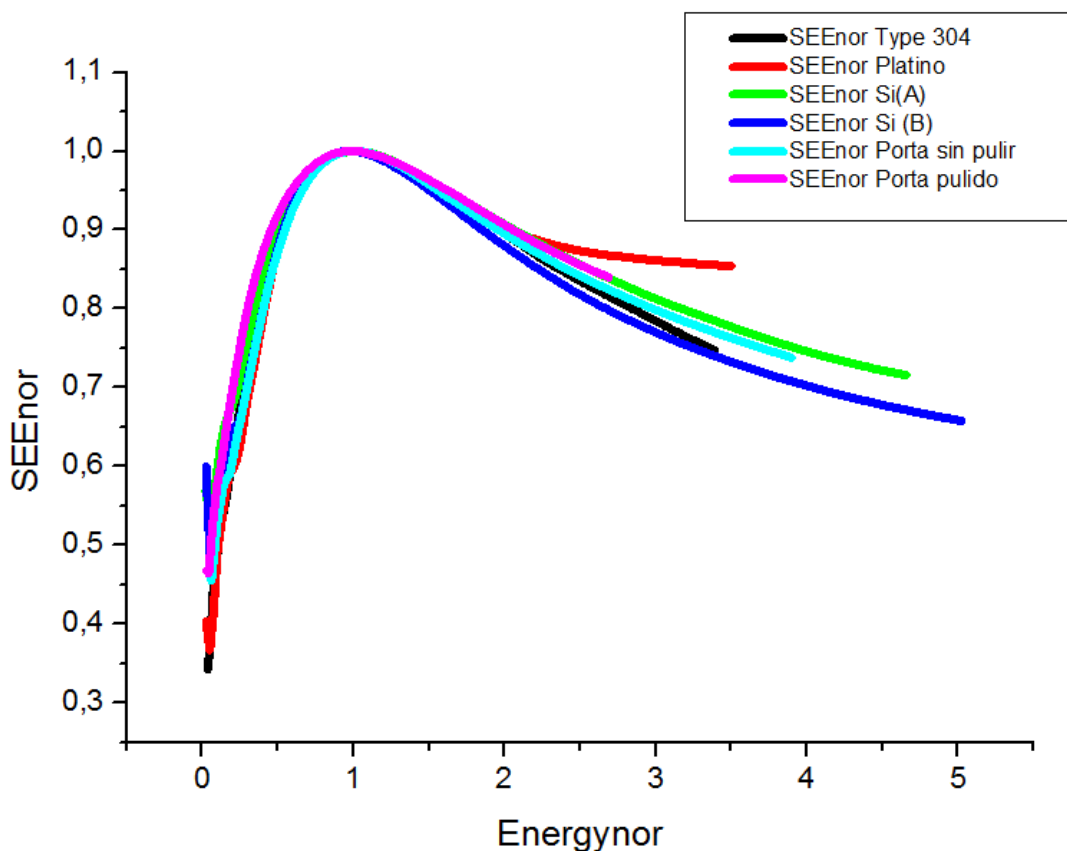


Fig 5. 155. Valores normalizados del SEY de los metales más representativos analizados: Acero 304 (negro), Platino (rojo), Si(A) (verde), Si(B) (azul), soporte sin pulir (cian) y soporte pulido (magenta).

Conclusiones generales en el estudio preliminar del coeficiente de Emisión Secundaria en los materiales (metales y semiconductores) aquí estudiados:

- El coeficiente de Emisión Secundaria de los metales nobles, al tener muy buena conductividad (baja resistividad), decae muy lentamente para valores de energía superiores al de su máximo de Emisión.
- La variación en el porcentaje de concentración de algunos componentes que forman parte de los aceros analizados no muestran diferencias sustanciales en las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria.
- La diferencia en el contenido de boro presente en las muestras de silicio se refleja de forma cualitativa en el comportamiento del coeficiente de Emisión Secundaria. Los cambios en la respuesta se producen en el rango desde 50 eV hasta 700 eV. De aquí que un cambio en la composición o dopante (boro) de las

5. Medidas del coeficiente de Emisión Secundaria en diferentes materiales.

muestras de silicio se refleje en la respuesta del coeficiente de Emisión Secundaria.

- La calidad de la superficie (estado mecánico) de las muestras tiene un papel determinante en la respuesta del coeficiente de Emisión Secundaria, obteniéndose diferencias significativas en la respuesta del coeficiente SEY de un mismo material con dos estados diferentes del acabado mecánico de su superficie.
- Realizar un bombardeo con el cañón de electrones, con un valor del potencial de $G-2 = 50 \text{ V}$ o mayor, tiene un efecto de limpieza "in situ" de la superficie de la muestra sobre la que se está realizando el estudio de la emisión secundaria. El haz de electrones procedente del cañón "arranca" partículas de componentes extraños, contaminantes u óxidos recrecidos de la superficie.
- Las curvas obtenidas para el coeficiente de Emisión Secundaria en los diferentes materiales (metales u óxidos aquí estudiados), al ser normalizadas se ajustan perfectamente al comportamiento de la curva de Emisión Universal.
- El estudio del coeficiente de Emisión Secundaria proporciona información tanto de la calidad mecánica de la superficie como de su composición, aunque no nos ha resultado posible discriminar en esta fase del estudio si las variaciones producidas en los valores del coeficiente de Emisión Secundaria corresponden a una u otra causa de forma inequívoca. Esto hace necesaria la utilización de otras técnicas del estudio de superficie que nos permitan corroborar los resultados obtenidos.

6. Resumen y Líneas Futuras.

Este capítulo es un resumen de los resultados obtenidos, en base a los objetivos propuestos para la realización de este proyecto, que incluye, por un lado, el montaje, acondicionamiento y calibración del cañón de electrones Kimball ELG-2B y la mejora de su programa de control, y por otro, un estudio preliminar de la emisión de electrones secundarios en algunos materiales.

- Estudio y comprensión de los conceptos relacionados con la emisión de electrones secundarios en los materiales y las técnicas experimentales para la medida del coeficiente de Emisión Secundaria (SEY).
- Familiarización con el manejo de un sistema de ultra-alto-vacío (UHV) y con la instrumentación que permite el control automatizado y medida del coeficiente de SEY. Para la consecución de este objetivo hemos contado con un equipamiento compuesto del cañón de electrones Kimball ELG-2, una fuente de alimentación EGPS-2B, un picoamperímetro Keithley modelo 6487 para medir la corriente procedente de la muestra, una tarjeta de adquisición de datos PCI-6024E, una tarjeta GPIB-USB-HS de National Instruments, un PC para el control del cañón y recepción de los datos procedentes del picoamperímetro, además de la cámara de vacío con todos los sistemas de bombeo, medición y caracterización del vacío residual.
- Estudio de los conceptos relacionados con la programación en LabView, en los que estaba diseñada la aplicación de control del cañón de electrones, que fue mejorada incluyéndole un nuevo módulo o funcionalidad que permite la realización de Barridos en Alta y Baja Energía, así como también en Alto y Bajo Focus, y realizando las correspondientes modificaciones en la interfaz con el usuario de la aplicación. También se recalcularon los coeficientes polinomiales que fijan la relación entre la energía y el voltaje del Focus para mantener un tamaño de spot mínimo durante el barrido en energía.
- Calibración y acondicionamiento del cañón de electrones con la nueva aplicación para la realización de las medidas que permiten calcular el coeficiente de Emisión Secundaria en los materiales. Para la consecución de este objetivo se realizó un conjunto de experimentos que permiten estudiar cómo la emisión de electrones secundarios en una muestra patrón varía con: los distintos valores de voltaje de los parámetros G-1 y G-2 del cañón de electrones; la curva de mínimo spot usada para el ajuste; la distancia a la que se encuentra el cañón de electrones de la muestra; y el voltaje de polarización de la muestra. Los resultados de estos experimentos nos permitieron fijar los

6. Resumen y Líneas Futuras.

valores óptimos de los parámetros anteriormente mencionados y que se recogen en la tabla 4.6.

- Estudio preliminar del coeficiente de Emisión Secundaria de distintos tipos de materiales: metales nobles, aleaciones metálicas y semiconductores. En esta fase del estudio en los materiales, podemos destacar algunos resultados importantes que corroboran los fundamentos teóricos de la emisión secundaria de electrones en los materiales y que fueron discutidos en el capítulo 2 de este proyecto.
 - Los metales nobles, a diferencia de los semiconductores, al tener muy buena conductividad presentan un coeficiente de Emisión Secundaria que decae muy lentamente para valores de energía superiores al de la emisión máxima.
 - La variación en los contenidos de algunos componentes que forman parte de los aceros analizados no muestran diferencias sustanciales en las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria.
 - La diferencia en el contenido de boro presente en las muestras de silicio se refleja de forma cualitativa en el comportamiento del coeficiente de Emisión Secundaria.
 - La calidad de la superficie (estado mecánico) de las muestras tiene un papel determinante en la respuesta del coeficiente de Emisión Secundaria, obteniéndose diferencias significativas en la respuesta del coeficiente SEY de un mismo material con dos estados diferentes del acabado mecánico de su superficie.
 - Realizar un bombardeo con el cañón de electrones, con un valor del potencial de G-2 = 50 V o mayor, tiene un efecto de limpieza “in situ” de la superficie de la muestra.
 - Las curvas obtenidas para el coeficiente de Emisión Secundaria en los diferentes materiales (metales u óxidos aquí estudiados), al ser normalizadas, se ajustan perfectamente al comportamiento de la curva de Emisión Universal.
 - El estudio del coeficiente de Emisión Secundaria proporciona información tanto de la calidad mecánica de la superficie como de su composición.

En cuanto a las futuras líneas de investigación surgidas a raíz de la realización de este proyecto se propone:

- La instalación en la pre-cámara de vacío de un cañón de iones para la limpieza de la superficie, permitiendo obtener medidas más precisas del coeficiente de



6. Resumen y Líneas Futuras.

Emisión Secundaria, debido a los problemas aparecidos durante la realización del proyecto donde superficie de la muestra se contaminaba con partículas depositadas y óxidos recrecidos mientras esta permanecía en condiciones de vacío ($>10^{-5}$ Torr).

- Realizar un estudio sobre la carga electroestática que aparece en el sistema de UHV. Dicha carga no es posible de eliminar (aunque sí minimizar su efecto) con el instrumental del que se dispone actualmente. Esta carga electroestática, también ha dado problemas a la hora de realizar las medidas para determinar las curvas del coeficiente de Emisión Secundaria de los materiales analizados.
- Automatizar los valores de control de G-1 y G-2 del cañón de electrones permitiendo configurarlos dentro del programa desarrollado en LabVIEW, esto permitiría realizar las medidas durante los experimentos de forma mucho más cómoda y se tendrían más precisión al seleccionar el valor deseado que al realizar el ajuste de forma manual.
- Incluir una nueva funcionalidad al programa desarrollado en LabVIEW para controlar la Deflexión del haz de electrones que emite el cañón, esto permitiría deflectar el haz para analizar una mayor área de las muestras introducidas en la pre-cámara de vacío.
- Instalar un sistema de resistencias en el porta muestras, junto con un termopar, que permita calentar la muestra, para eliminar las posibles impurezas que esta pueda tener en su superficie y controlar la temperatura a la que esta se encuentra. Para realizar esto, sería necesario un rediseño de porta muestras, debido a que con el procedimiento usado actualmente de usar coloide de plata para pegar las muestras, podría causar que esta se despegara y se callera debido al calentamiento del porta muestras.



7. Bibliografía.

- ¹Dr. H. Bruining, M.B.E. Physics and applications of Secondary Electron Emission. McGRAW-HILL BOOK CO. 1954.
- ² C.D. Thomson, V. Zavyalov, J.R. Dennison, Jodie Corbridge. Electron Emission properties of insulator materials pertinent to the international space station.
- ³ M.A. Furman. Simulation of Secondary Electron Emission Base on a Phenomenological Probabilistic Model. LBNL-52807, SLAC-PUB-9912, June 2003.
- ⁴ K.G. McKay; Secondary electron Emission. Advances in Electronics, I, New York 1948.
- ⁵J.J. Scholtz, D. Dijkkamp and R.W.A. Schmitz. Secondary Electron Emission Properties. Philips J, Res. 50. 1996.6
- ⁶Elise Rene Boerwinkle Adamson, B.S.E.P., M.S. Secondary Electron Emission Coefficient from Lexan: The Low Energy Crossover. May, 1993.
- ⁷Pablo Oliva Gómez; Automatización del control de la Energía y Focalización de un cañón de electrones para estudios de la emisión de electrones secundarios. Julio, 2009.
- ⁸M.A. Auger, V. de Castro, T. Leguey, M.A. Monge, A. Muñoz, R. Pareja. Microstructure and tensile properties of oxide dispersion strengthened Fe-14Cr-0.3Y₂O₃ and Fe-14Cr-2W-0.3Ti-0.3Y₂O₃. Journal of Nuclear Materials 442(2013) S142 - S147
- ⁹M.A. Auger, V. de Castro, T. Leguey, A. Muñoz, R. Pareja. Microstructure and mechanical behavior of ODS and non-ODS Fe-14Cr model alloys produced by spark plasma sintering. Journal of Nuclear Materials 436, Issue 1-3 (2013) 68-75.